

REC'D - 9 FEB 2004	
WIPO	PCT



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 102 57 780.3

Anmeldetag: 11. Dezember 2002

Anmelder/Inhaber: hte Aktiengesellschaft the high throughput
experimentation company, Heidelberg, Neckar/DE

Bezeichnung: Vorrichtung zur kontinuierlichen Testung von
Materialien

IPC: G 01 N, B 01 L, B 01 J

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 23. Oktober 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Wehner

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Vorrichtung zur kontinuierlichen Testung von Materialien

5

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum kontinuierlichen Testen von mindestens zwei Bausteinen, die Teil einer kombinatorischen Materialbibliothek sind. Dabei ist diese Vorrichtung insbesondere dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens die folgenden Bestandteile aufweist: (i) mindestens ein räumlich feststehendes Bauteil mit mindestens einem Mittel zur Zufuhr, (ii) mindestens ein

10 räumlich nicht feststehendes Bauteil, sowie (iii) mindestens eine Einheit zur Aufnahme eines Bausteins. Dabei bewegt sich während der Testung mindestens ein Baustein räumlich relativ zu dem mindestens einen anderen Baustein.

15

Die vorliegende Erfindung liegt auf dem technischen Gebiet der Hochdurchsatz-Materialforschung, insbesondere der Hochdurchsatz-Katalysatorforschung. Es ist bekannt, dass durch die Implementation von Hochdurchsatz-Forschung zur Steigerung der Effizienz und Effektivität beim Auffinden neuer Materialien signifikant erhöht. Dabei ist es vorteilhaft, eine Vorrichtung zur Verfügung zu stellen,

20 die einen möglichst integrierten Arbeitsablauf ermöglicht und die insbesondere alle wesentlichen Teilschritte der Hochdurchsatz-Materialforschung, wie beispielsweise Testung und/oder Klassifizierung von Materialien umfasst.

25

Die schnelle Testung von Festkörpermaterien, beispielsweise von heterogenen Katalysatoren, wird bisher meist so durchgeführt, dass in einem Parallelreaktor oder auf einem festen Substrat mehrere, parallel angeordnete Materialien gleichzeitig den Testbedingungen ausgesetzt und Performance-Eigenschaften der Materialien ermittelt werden. Während der Testung ändert sich die relative Lage der zu

testenden Materialien zueinander nicht. Das Pendant dieser Anordnung in der biochemischen Hochdurchsatzforschung ist die Mikrotiter-Platte.

In jedem Falle wird eine Pluralität von Materialien, die sich unter Umständen auf
5 einem Trägersubstrat befindet, in eine Testapparatur eingebracht und anschließend
wird ein Testprogramm gestartet. Derartige parallele, nicht-kontinuierliche Methoden zur Testung von Materialien sowie die zugehörigen Vorrichtungen sind
beispielsweise in der WO 98/15969, in der DE-C 198 09 477 sowie in der DE-A
10 101 17 274 beschrieben. Dabei können Vorrichtungen unterschieden werden, bei
denen sich die zu testenden Materialien fest auf einem Substrat oder in geeigneten
Kavitäten befinden. Die Vorrichtungen, die ein Substrat umfassen, haben den
Nachteil, dass die Materialien nicht unabhängig vom Substrat untersucht werden
können. Abhängig von Struktur und Eigenschaften ist die Herstellung des Sub-
strates unter Umständen mit erheblichen Kosten verbunden, was besonders des-
15 halb nachteilig ist, da das Substrat bei der direkten Abscheidung von Materialien
auf dem Substrat nicht wiederverwendet werden kann.

Bei der Verwendung von Testapparaturen mit geeigneten Kavitäten müssen die
Materialien manuell oder automatisiert in diese Kavitäten gebracht und nach dem
20 Test wieder entfernt werden, wobei in aller Regel zusätzlich eine Reinigung der
Kavität notwendig wird. Die Testung von Materialien in den oben angegebenen
Vorrichtungen wird somit nicht kontinuierlich im Sinne der vorliegenden Erfin-
dung durchgeführt, da sich die Bausteine, die in die Testapparatur eingeführt wer-
den, in einer räumlich fixierten Lage befinden und ihre Position zueinander nicht
25 verändern. Insbesondere ist es nicht möglich, während des Testvorgangs einen
Baustein durch einen anderen zu ersetzen. Die Bausteine können vielmehr stets
nur im ganzen Ansatz (*batchwise*) ausgetauscht werden.

Sollen beispielsweise Tausende von Bausteinen getestet werden und steht nur ein
30 üblicher Mehrfach-Reaktor (16-, 49-, 96-fach) zur Verfügung, so kann das Testen

sehr zeitaufwendig werden, insbesondere, wenn zu jedem neuen Befüllen die gesamte Apparatur geöffnet, gespült, eventuell gereinigt und dann wieder geschlossen, auf Druckdichtigkeit geprüft, und möglicherweise ein stationärer Zustand eingestellt werden muss. Insgesamt resultiert also ein relativ großer Zeitaufwand, der zur Testung der Materialien bei der Verwendung von diskontinuierlich arbeitenden Vorrichtungen notwendig ist. Die Testung von Materialien in diskontinuierlich arbeitenden Vorrichtungen erfordert deshalb auch bei der Anwendung sehr schneller chemischer Analysemethoden insgesamt einen Zeitaufwand von einer bis mehreren Minuten pro getestetem Material.

10

Eine Möglichkeit zur Reduzierung der Testzeit bzw. zur Reduzierung der Zeit für die notwendigen vor- und nachbereitenden Schritte wurde von Muhler et al. vorgestellt (S. Geissler, H. Zanthoff, M. Muhler: "Oxidative Dehydrierung von Ethylbenzol zu Styrol - Katalysatorentwicklung unterstützt durch schnelles kinetisches Screening, Proceedings" XXXIV. Jahrestreffen Deutscher Katalytiker in Verbindung mit dem Fachtreffen Reaktionstechnik, 21.-23. März 2001 Weimar). Um einen schnellen Wechsel eines zu testenden Katalysators zu erreichen, wurde ein mit einzelnen Reaktoren bestücktes Karussell automatisch in Testposition gebracht. Durch Drehen des Karussells um eine Einheit gelangt dabei jeweils ein neuer Katalysator in die Testposition. Die Anzahl der zu testenden Katalysatoren ist allerdings auf die Anzahl der Positionen im Karussell beschränkt. Zudem befinden sich die Katalysatoren bereits in einem abgeschlossenen Reaktor. Das Befüllen sowie das Entleeren der Reaktoren muss nach wie vor manuell durchgeführt werden. Es handelt sich hierbei also um einen durch eine Automatisierungslösung beschleunigten, nicht-kontinuierlichen, sequentiellen Test von Katalysatoren, wobei die Katalysatoren in einzelnen Reaktoreinheiten vorliegen.

25

Ein weiterer Ansatz zum Austausch von Katalysatoren in katalytischen Testreaktoren wurde von Jensen et al. beschrieben (Losey, Schmidt, Jensen: „Microfabricated multiphase packed-bed reactors: Characterization of mass transfer and reactions“, Ind. Eng. Chem. Res. 40 (2001) 2555-2562). Durch spezielle Fluidan-

30

schlüsse kann dabei ein als Schüttgut in einem Mikroreaktor vorliegender Feststoffkatalysator pneumatisch ein- und ausgeblasen werden. Diese Lösung zielt jedoch lediglich auf die damit mögliche Wiederverwendung des Mikroreaktors und nicht auf einen schnellen Katalysatortest. Der Katalysatortest an sich erfolgt
5 wiederum in der beschriebenen nicht-kontinuierlichen Weise.

Eine Vorrichtung für die kontinuierliche Identifikation bereits gekennzeichneteter multizellulärer Organismen und deren Sortierung für pharmazeutische Anwendungen ist in der WO 00/11449 ("Instrument for selecting and depositing multicellular organisms and other large objects") beschrieben. Die zu analysierenden
10 Organismen bzw. Objekte werden danach in einer geeigneten Flüssigkeit suspendiert und einzeln durch eine Analysenzone (sensing zone) geleitet. Abhängig vom Analyseergebnis kann ein Ausschleusen von Objekten bzw. ein Ablegen ausgewählter Objekte z. B. in Mikrotiterplatten erfolgen. Die Analyse bezieht sich da-
15 bei auf die Identifikation vorbestimmter Charakteristika, beispielsweise der Fluoreszenz der getesteten Objekte. Beschrieben wird auch, dass das zu identifizierende Charakteristikum chemoluminiszenter, phosphoreszenter, magnetischer oder radioaktiver Natur sein könnte.

20 Durch die in der WO 99/11449 beschriebene Vorrichtung wurde der Anwendungsbereich der „flow cytometry“ auf multizelluläre Organismen und Mikroträgerkörper der kombinatorischen Pharmaforschung erweitert. Es wird jedoch keine Lehre erteilt, wie mit der vorgestellten Methode die (chemischen) Eigenschaften von Materialien untersucht werden können. Charakteristisch für die genannte Vor-
25 richtung ist, dass sich die zu sortierenden biologischen Proben während des gesamten Vorganges auf einem einzigen fluidischen Pfad bewegen, wobei das Fluid gleichzeitig als Transportmedium dient. Ohne dieses Transportmedium ist das beschriebene Instrument nicht funktionstüchtig. Diese Anforderung schränkt den Anwendungsbereich des beschriebenen Instrumentes erheblich ein. Dies bedeutet
30 beispielsweise, dass die zu sortierenden Organismen und Mikroträgerkörper die ganze Zeit diesem Trägerfluid ausgesetzt sind, wobei die Wechselwirkung zwi-

schen Fluid und Organismus bzw. Mikroträgerkörper nicht untersucht werden kann. Es ist auch nicht möglich, in verschiedenen Stadien des Experimentes verschiedene Fluide einzusetzen, was bei einer weitergehenden Testung von Materialien von entscheidender Bedeutung wäre. Das beschriebene Verfahren bzw.
5 Instrument kann also lediglich zum *Sortieren* von Organismen bzw. Mikroträgerkörpern eingesetzt werden.

Zur schnellen (chemischen) Analyse flüssiger Proben werden in der Biotechnologie seit Jahren sogenannte „serielle Analysensysteme“ oder „flow-injection systems“ eingesetzt, die kontinuierlich betrieben werden (siehe beispielsweise die
10 WO 00/42212, "Optimized high-throughput analytical system"). Das Prinzip dieser Analysensysteme besteht darin, dass seriell, d. h. hintereinander, verschiedene Flüssigkeitsproben durch ein Analysensystem transportiert und eine oder mehrere Eigenschaften der Proben an einer geometrisch definierten Stelle im Durchflusssystem durch entsprechende, meist optische Methoden detektiert werden. Die ver-
15 schiedenen in der Literatur beschriebenen Systeme geben jedoch keinen Hinweis, wie die Analyse der Eigenschaften von als Feststoff vorliegenden Proben (Bausteinen) erfolgen kann.

20 Aus diesem Grund ist es wünschenswert, über ein kontinuierliches Verfahren zur Testung von Materialien zu verfügen, da dadurch die Nachteile diskontinuierlicher Verfahren ganz oder teilweise beseitigt werden können. Darüber hinaus besteht ein hoher Bedarf an einer Vorrichtung, mit Hilfe derer Materialbibliotheken mit einer sehr großen Anzahl von Bausteinen ($> 10^3 - 10^6$ Bausteine) in sehr kur-
25 zer Zeit, beispielsweise in einer Sekunde pro Baustein, getestet werden können. Weiterhin könnte, ja müsste geradezu, in einer kontinuierlich arbeitenden Vorrichtung zur Testung von Materialien ohne Anwesenheit eines Substrates gearbeitet werden.

In diskontinuierlichen Vorrichtungen zur Testung von Materialien nach dem Stand der Technik werden in der Regel Materialbibliotheken eingesetzt, bei denen sich die zu testenden Materialien in einer festen, definierten ein-, zwei- oder dreidimensionalen Anordnung auf einem Substrat befinden. Daraus folgt, dass in der Regel alle Teilschritte im Rahmen eines mit dieser Vorrichtung durchgeführten Testverfahrens an diese Bibliotheksgeometrie angepasst sein müssen. Dies hat weiterhin den Nachteil, dass immer alle Bausteine auf einem Substrat gleichzeitig gehandhabt werden.

- 10 Eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand deshalb darin, eine zu den diskontinuierlich arbeitenden Vorrichtungen zur Testung von Materialien alternative Vorrichtung bereitzustellen, welche die Nachteile der besagten diskontinuierlichen Vorrichtungen vermeidet oder abmindert, und die es insbesondere erlaubt, Bausteine effizienter als nach dem Stand der Technik zu testen, oder eine größere Anzahl an Bausteinen, als nach dem Stand der Technik möglich, zu testen.

Ein Vorteil einer kontinuierlich oder quasikontinuierlich arbeitenden Vorrichtung zur Testung von Materialien besteht darin, unabhängig von einer bestimmten Bibliotheksgeometrie zu werden und damit eine höhere Flexibilität bei der Untersuchung der zu testenden Materialien zu erreichen. Damit wird es möglich, die einzelnen Materialien einer vorliegenden Bibliothek gemäß einer chemomechanischen Logik, im Sinne von logischen Schaltungen, verschiedenen Operationen und/oder verschiedenen Kombinationen von Operationen in Abhängigkeit von einem vorhergehenden Testergebnis zu unterziehen, daraus folgend Teilmengen von Feststoffen der Bibliothek zu bilden, und so verschiedene Testalgorithmen für verschiedene Materialien zu realisieren.

Einen besonderen Vorteil hat dabei eine Vorrichtung, in welcher die Bausteine nicht permanent mit einem Substrat assoziiert sind, also sich relativ zueinander bewegen können. Eine nicht substrat-gebundene Vorrichtung erlaubt eine wesent-

lich höhere Flexibilität bei der Testung der Bausteine. So ist es beispielsweise möglich, nach einem ersten Test auf eine Performance-Eigenschaft, die Anzahl der Bausteine zu reduzieren, da nur diejenigen weiterhin betrachtet werden, welche die Anforderungen des ersten Testes erfüllen. Damit ergeben sich entscheidende Vorteile hinsichtlich des notwendigen Platz- und Zeitbedarfes.

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum kontinuierlichen Testen von mindestens zwei Bausteinen, die Teil einer kombinatorischen Materialbibliothek sind. Die Bausteine können gleich oder verschieden sein. Dabei ist die erfindungsgemäße Vorrichtung insbesondere dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens die folgenden Bestandteile aufweist:

- (i) mindestens ein räumlich feststehendes Bauteil mit mindestens einem Mittel zur Zufuhr,
- (ii) mindestens ein räumlich nicht feststehendes Bauteil,
- (iii) mindestens eine Einheit zur Aufnahme eines Bausteins,

wobei sich die Lage mindestens eines Bausteines relativ zu dem mindestens einen anderen Baustein während der kontinuierlichen Testung ändert.

20

In einer bevorzugten Ausführungsform ändert sich die Geometrie um einen Baustein, d.h. Lage und/oder Form der geometrischen Umgebung eines Bausteins, beispielsweise dergestalt, dass sich die Geometrie des Reaktionsraumes ändert. Der Reaktionsraum ist dabei entweder die Einheit zur Aufnahme des Bausteins oder eine Kombination von Einheit zur Aufnahme mit mindestens einem weiteren Bestandteil der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

Weiterhin ist es bevorzugt, wenn während der Testung eine Eigenschaftsänderung von mindestens einem Baustein induziert wird, wobei diese Eigenschaftsänderung chemischer, physikalischer oder physikalisch-chemischer Natur sein kann.

30

Das Verfahren, das mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung durchgeführt werden kann, ist in der DE 101 59 189.6 beschrieben, deren Inhalt vollumfänglich in die vorliegende Anmeldung einbezogen ist. In diesem Zusammenhang soll die erfindungsgemäße Vorrichtung vorzugsweise erlauben, mindestens eine der folgenden

5 Operationen mit den zu testenden Bausteinen durchzuführen, wobei die Operationen beliebig permutiert und/oder wiederholt werden können:

- 10
- mindestens eine Testoperation, in welcher mindestens ein Baustein auf mindestens eine Performance-Eigenschaft getestet wird;
 - mindestens eine Bevorratungs-Operation;
 - mindestens eine Bewertungs-Operation;
 - mindestens eine Klassifizierungsoperation;
 - mindestens eine Konditionierungsoperation;
 - mindestens eine Transportoperation.

15

Die Testung von Bausteinen auf ihre Performance-Eigenschaften wird erfindungsgemäß vorzugsweise in einer Einheit zur Aufnahme, weiter bevorzugt in einem Reaktionsraum, durchgeführt, wobei sich die geometrische Form und/oder Größe und/oder Lage im Raum der Einheit zur Aufnahme bzw. des Reaktions-

20 raumes vor, während oder nach einem Schritt oder einer Operation ändern kann, d.h. in ihrer geometrischen Ausgestaltung veränderlich ist. Die Einheit zur Aufnahme kann alleine oder im Zusammenspiel mit anderen Bauteilen der Vorrichtung, bzw. Teilen davon, den Reaktionsraum bilden, in welchem der Baustein beispielsweise konditioniert oder getestet wird (siehe hierzu auch Figur 2).

25

Die Vorrichtung ist vorzugsweise so gestaltet, dass negative Beeinträchtigungen bei der Durchführung von Operationen in einem Teil der Vorrichtung nicht auf einen anderen Teil der Vorrichtung übertragen werden. Es wird beispielsweise gewährleistet, dass unerwünschte Verunreinigungen aus einem Teil der Vorrich-

tung nicht in den nächsten Teil der Vorrichtung übertragen werden. Durch eine solche Realisierung kann eine Kreuzkontamination der Testergebnisse zwischen unterschiedlichen Bausteinen einer Bibliothek vermieden bzw. minimiert werden.

- 5 Die Werkstoffe, aus denen die erfindungsgemäße Vorrichtung zusammengesetzt sein kann, werden so gewählt, dass sie kompatibel mit der zu lösenden bzw. zu untersuchenden Aufgabenstellung bei der Testung und/oder Herstellung der Bausteine sind. Dies bedeutet, dass bei der Durchführung katalytischer Untersuchungen beispielsweise Werkstoffe gewählt werden, die sich inert bzw. weitgehend
10 inert verhalten, sowie über eine ausreichende Temperatur- und Druckstabilität verfügen. Werden verschiedene Werkstoffe verwendet, so sind diese bevorzugt auch miteinander kompatibel, d.h. sie reagieren nicht miteinander oder sie haben ähnlich thermische Ausdehnungskoeffizienten, so dass beim Aufheizen oder Abkühlen keine unerwünschten Spannungen auftreten. Umgekehrt kann die Kombi-
15 nation der Werkstoffe gerade so gewählt werden, dass durch thermische Ausdehnung ein erwünschter Effekt, beispielsweise ein Dichtungseffekt erzielt wird.

- In einer bevorzugten Ausführungsform sind die Werkstoffe insbesondere inert bezüglich der für die kontinuierliche Testung einzusetzenden Fluide, bei den je-
20 weils anzuwendenden Temperaturen, sowie unter den resultierenden oder eingestellten Drucken. Die Inertheit soll insbesondere vermeiden, dass Teile der Vorrichtung in ihrer Funktionsfähigkeit eingeschränkt werden sowie dass Bausteine kontaminiert und/oder Testergebnisse verfälscht werden. In einer bevorzugten Ausführungsform sind die Werkstoffe mit der zur Testung eingesetzten Analyse-
25 Methode kompatibel. Werden beispielsweise IR-Thermographie-Verfahren eingesetzt, so besteht vorzugsweise zumindest ein Teil der Vorrichtung aus einem IR-transparenten Material.

- Bezüglich der konkret einzusetzenden Werkstoffe bestehen daher keine prinzipi-
30 ellen Beschränkungen, solange sie die vorstehend genannten Bedingungen erfül-

len bzw. teilweise erfüllen. Beispielfhaft seine genannt: Edelstahl, insbesondere V2A-Stähle, hitze- und korrosionsbeständige Stähle, gehärtete Stähle; Edelmetalle, Legierungen, Hartmetalle und -legierungen, insbesondere Hastalloy®, Inconel sowie Ti-Legierungen; Silizium, Siliziumoxide sowie Composite-Materialien, die Silizium enthalten; Kunststoffe, insbesondere wärmebeständige und korrosionsbeständige Kunststoffe wie beispielsweise Teflon (PTFE), PEEK etc.; Gläser, Keramiken, insbesondere oxidische oder Carbid-Keramiken, Kohlenstoff-Verbundmaterialien etc.; Mischungen, Gemische oder Verbundmaterialien aus zwei oder mehr der vorstehend genannten Materialien sind gleichfalls möglich. In diesem Zusammenhang wird insbesondere auch der diesbezügliche Inhalt der DE-A 100 36 633 vollumfänglich per Referenz in die vorliegende Anmeldung mit einbezogen.

In bevorzugten Ausführungsformen kommen mikrostrukturierte Bauteile und/oder Kombinationen von mikrostrukturierten und makrostrukturierten Bauteilen zum Einsatz. In einer miniaturisierten Ausführungsform können auch Nano-Bauteile bzw. -Teilchen und/oder nano-strukturierte Materialien zum Einsatz kommen.

Generell werden Vorrichtungen mit geringen oder keinen Totvolumina sowie sehr kurzen Transportwegen sowie geringen Reaktionsvolumina bevorzugt, um die Testgeschwindigkeit, d. h. die pro Baustein notwendige Testdauer, zu reduzieren und den gesamten Testablauf damit hinsichtlich der Geschwindigkeit zu optimieren. Diese Vorgehensweise hat den Vorteil, dass der geschwindigkeitsbestimmende Schritt bei der Testung der Bausteine auf das intrinsische Verhalten der Bausteine im Test reduziert wird. So kann beispielsweise die notwendige Zeit zur Einstellung eines Gleichgewichtszustandes oder einer minimalen Reaktionszeit zur Beobachtung einer Eigenschaft unter Bedingungen, die sich in einen größeren Maßstab übertragen lassen und einen erheblichen Beitrag zum Verständnis des Verhaltens bzw. der Eigenschaften des getesteten Bausteines leisten, reduziert werden.

Weiterhin umfaßt die erfindungsgemäße Vorrichtung optional die folgenden Bestandteile:

5

mindestens ein Mittel zur Analyse auf mindestens eine Performance-Eigenschaft;

10

Mittel zur Bevorratung von mindestens zwei Bausteinen;

Mittel zur Auswahl von mindestens einem Baustein aus mindestens zwei Bausteinen;

15

Mittel zum Erfassen und Auswerten von Daten;

Mittel zum Transport und/oder substratlosen Transport von mindestens einem Baustein;

20

Mittel zur Klassifizierung von mindestens einem Baustein;

Mittel zur Befestigung;

Mittel zur Kraftübertragung;

25

Mittel zum Antrieb;

Mittel zum Einstellen von Parametern P;

30

Mittel zum Beseitigen von Folge- oder Nebenprodukten;

Mittel zur fluidischen Abdichtung.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist in einer bevorzugten Ausführungsform mit
35 Mitteln versehen, die es erlauben, bei der Durchführung von Operationen anfallende Nebenprodukte oder Folgeprodukte oder andere ungewünschte stoffliche Beeinträchtigungen zu beseitigen oder abzutrennen. Konkret bezieht sich dies beispielsweise auf den definierten Austrag von Abrieb der zu testenden Bausteine und/oder mechanisch bewegten Vorrichtungsteilen sowie dem Austrag von kondensierten oder kristallisierten Reaktionsprodukten oder ähnlichem.
40

Die vorliegende Erfindung betrifft außerdem eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Konditionierung und Herstellung oder kontinuierlichen Konditionierung oder Herstellung von Bausteinen, die gleich oder verschieden voneinander sein
5 können, einer Substanzbibliothek, mindestens umfassend:

- (i) mindestens ein räumlich feststehendes Bauteil mit mindestens einem Mittel zur Zufuhr,
 - (ii) mindestens ein räumlich nicht feststehendes Bauteil,
 - 10 (iii) mindestens eine Einheit zur Aufnahme eines Bausteins,
- wobei sich die Lage mindestens eines Bausteines relativ zu dem mindestens einen anderen Baustein während der kontinuierlichen Herstellung
15 und/oder Konditionierung ändert.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung wird bevorzugt zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur kontinuierlichen Testung und/oder Herstellung von Heterogenkatalysatoren verwendet.

20

Im Folgenden sollen die im Rahmen der vorliegenden Anmeldung verwendeten Begriffe definiert und die damit im Zusammenhang stehenden bevorzugten Ausführungsformen erwähnt werden.

- 25 **Abdichtung, Mittel zur fluidischen:** Unter einem Mittel zur fluidischen Abdichtung im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jedes Mittel zu verstehen, welches den Fluidstrom zwischen einem feststehenden und einem nicht feststehenden Bauteil an mindestens einer Stelle (im Vergleich zum Fluidstrom, wie er ohne das besagte Mittel zur fluidischen Abdichtung vorläge) mindert und/oder unterbindet.
- 30 Vorzugsweise befinden sich die Mittel zur fluidischen Abdichtung (Dichtungen) an den Stellen, an denen ein Fluidstrom nicht gewünscht ist, so z.B. an den seitli-

chen Verpressungen zwischen feststehendem und nicht feststehendem Bauteil, wenn ein Baustein senkrecht zu dieser Richtung durchströmt werden soll.

5 Bezüglich der einzusetzenden Mittel zur fluidischen Abdichtung bestehen keine prinzipiellen Beschränkungen, so lange die obigen Bedingungen erfüllt sind und der Werkstoff, aus welchem das Mittel besteht, unter den gewünschten Einsatzbedingungen und Belastungen dergestalt inert ist, dass die Funktionsweise der Vorrichtung nicht wesentlich beeinträchtigt ist. Solche Mittel zur fluidischen Abdichtung können beispielsweise sein: das Verpressen polierter oder anderweitig
10 behandelter Flächen, insbesondere von Metall-Flächen, das Verwenden von Dichtlippen, Dichtringen, insbesondere von O-Ringen, Metall-Ringen, Graphit, Schmiermitteln, Teflon etc.

15 **Analyse, Mittel zur:** Unter einer "Analyse" ist erfindungsgemäß die Verwendung von mindestens einer Analysetechnik zur Testung von Materialien innerhalb einer Materialbibliothek zur Ermittlung von deren Eigenschaftsausprägungen, beispielsweise Performance-Eigenschaften, zu verstehen. Die Mittel zur Analyse von mindestens einem Baustein beinhalten bevorzugt zumindest eine
20 Analysetechnik. Die Begriffe "Analyse" und "Mittel zur Analyse" sind im Kontext der vorliegenden Erfindung als äquivalent zu verstehen.

Grundsätzlich ist für die Analyse auf bestimmte (Performance-)Eigenschaften das Detektieren chemischer, physikalischer oder physikalisch-chemischer Eigen-
25 schaften möglich. Diese Eigenschaften können beispielsweise magnetischer, elektrischer, dielektrischer, elektromagnetischer und/oder piezoelektrischer Natur sein. Als Analysemethode kann jede Methode eingesetzt werden, die im Rahmen der erfindungsgemäßen Vorrichtung eine Änderung zumindest einer Eigenschaft des zu untersuchenden Materials anzeigt. Besonders bevorzugt sind schnelle

Analysemethoden. Die Analyse der Bausteine auf Performance-Eigenschaften kann prinzipiell sowohl parallel als auch sequentiell durchgeführt werden.

Beispielhaft seien hier folgende Analysetechniken genannt: Infrarot-Thermographie, Massenspektroskopie, Chromatographie-Techniken wie GC, LC, HPLC, Micro-GC, Rapid-GC, dispersive FTIR-Spektroskopie, Mikrowellen-Spektroskopie, Raman-Spektroskopie, NIR, UV, UV-VIS, NMR, ESR, GC-MS, Infrarot-Thermographie/Raman-Spektroskopie, Infrarot-Thermographie/dispersive FTIR-Spektroskopie, Farbdetektion mit chemischem Indikator/MS, Farbdetektion mit chemischem Indikator/GCMS, Farbdetektion mit chemischem Indikator/dispersive FTIR-Spektroskopie, photoakustische Analyse, elektronische oder elektrochemische Sensoren sowie tomographische NMR- und ESR-Methoden. Möglich sind weiterhin Kombinationen von zwei oder mehreren der vorgestellten Analysemethoden sowie Parallelisierungen, wie beispielsweise parallele Gaschromatographie. Besonders bevorzugt in diesem Zusammenhang sind Kombinationen von IR-Thermographie und Massenspektrometrie sowie IR-Thermographie und GCMS.

Beispielsweise kann in oder an der Vorrichtung Infrarot-Thermographie mit Emissivitätskorrektur durchgeführt werden (siehe hierzu beispielsweise die WO 99/34206). Hierbei ist die Temperaturentwicklung der einzelnen Bausteine in der Vorrichtung dem aufgenommenen Infrarotbild, vorzugsweise mit digitaler Bildverarbeitung, zu entnehmen. Bei einer geringen Anzahl von Bausteinen kann gegebenenfalls jedem einzelnen Baustein ein Temperatursensor zugeordnet werden, beispielsweise ein pyrometrisches Element oder ein Thermoelement.

Aufnahme, Einheit zur: Die erfindungsgemäße Vorrichtung umfasst zwingend mindestens eine Einheit zur Aufnahme von Bausteinen. Unter Aufnehmen ist dabei das Lokalisieren mindestens eines Bausteins in einer definierten geometrischen Umgebung während eines definierten Zeitraums zu verstehen, vorzugs-

weise während des Durchführens mindestens einer Operation bzw. eines Verfahrensschrittes (z.B. Transportieren, Konditionieren etc.). Eine "Einheit zur Aufnahme" eines Bausteins ist in diesem Sinne also jede geometrisch wohldefinierte Umgebung eines Bausteins.

5

Die Einheit zur Aufnahme kann schon für sich genommen einen Reaktionsraum im Sinne der vorliegenden Erfindung darstellen. Es ist jedoch bevorzugt, dass ein Reaktionsraum aus einer Einheit zur Aufnahme sowie mindestens einem weiteren Bestandteil der Vorrichtung besteht, vorzugsweise einem Teil bzw. einem Abschnitt eines feststehenden Bauteils. Im Sinne der vorliegenden Erfindung ist dieser Reaktionsraum in seiner geometrischen Ausgestaltung vorzugsweise veränderlich. Dies bedeutet vorzugsweise, dass die geometrische Form, Größe und/oder Lage des Reaktionsraumes variabel ist. Diese Variabilität kann beispielsweise durch das Bewegen bzw. Verschieben von Bestandteilen der Vorrichtung erreicht werden.

10

15

Bezüglich der genauen Gestaltung einer Einheit zum Aufnehmen bestehen keine prinzipiellen Beschränkungen, so lange die Einheit einen Baustein so fixieren kann, dass sich der Baustein nicht signifikant relativ zu anderen Komponenten der Vorrichtung bewegt, außer in einem solchen Fall, in dem dies ist im Sinne des mit der Vorrichtung durchgeführten Verfahrens erwünscht oder geboten ist, beispielsweise beim Weitertransport oder Entleeren der Einheit.

20

Eine solche Einheit zur Aufnahme kann beispielsweise eine Vertiefung sein, die sich auf einem rotierbaren Körper befindet. Die Vertiefung kann eine Sackloch-Bohrung oder eine sich kontinuierlich oder stufenförmig verjüngende Vertiefung sein. In einer bevorzugten Ausführungsform ist die Einheit zur Aufnahme so ausgestaltet, dass der Baustein punktförmig auf einem Stutzen aufliegt, wobei der Stutzen Teil der Vertiefung ist oder durch eine Vertiefung geformt wird.

25

30

Weiter ist es bevorzugt, dass die Geometrie der Einheit zur Aufnahme so ausgestaltet ist, dass sich innerhalb der Einheit beim Durchströmen mit einem Gas Strömungsbedingungen ergeben, die stationär oder quasi-stationär oder nahe an stationären Bedingungen sind. Weiter bevorzugt ist es, wenn diese Strömungsbedingungen den Bedingungen entsprechen, wie sie in einem Rohrreaktor auftreten. Dies kann beispielsweise dadurch erreicht werden, dass der Baustein punktförmig auf einem Stutzen aufsitzt, und der Stutzendurchmesser 35 bis 95% des Durchmessers der Einheit zur Aufnahme beträgt und weiter bevorzugt 45 bis 85%. Ganz allgemein ist jede Realisierung der Einheit zur Aufnahme bevorzugt, nach welcher sich bei Anwesenheit eines Bausteines in der Einheit zur Aufnahme sowie Durchströmen der Einheit (via der Mittel zur Zufuhr und/oder Ableitung) mit einem Gas Bodenstein-Kennzahlen größer als 2, vorzugsweise größer als 5, weiter bevorzugt größer als 20, ergeben.

Im Zusammenhang mit der Ausgestaltung der Einheit zur Aufnahme bzw. des Reaktionsraumes ist der hier relevante Offenbarungsgehalt der DE-A 101 17 275 vollumfänglich qua Referenz mit einzubeziehen.

Das Zusammenspiel zwischen der Einheit zur Aufnahme eines Bausteins sowie den anderen Teilen der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist vorzugsweise wie folgt gegeben: In die Einheit zur Aufnahme wird zunächst ein Baustein eingefüllt, beispielsweise durch passgenaues Inkontaktbringen der offenen Seite der Einheit zur Aufnahme mit einem Mittel zur Zufuhr von Bausteinen. Dieses Mittel zur Zufuhr von Bausteinen muss eine Größe aufweisen, die zumindest der Größe der Bausteine entspricht. Nach der Befüllung wird der rotierbare Körper weiter bewegt (Transportoperation), bis die Einheit zur Aufnahme des Bausteins (nun mit Baustein) mit einer anderen Zufuhr in Kontakt tritt, beispielsweise einer Gaszufuhr. Diese Zufuhr kann eine Wand mit einer Vertiefung zum Einlass des Gases sein, wobei die Vertiefung kleiner als der Baustein sein kann und typischerweise auch ist. Somit hat sich die Geometrie des Reaktionsraumes eines Bausteins während einer Operation im Rahmen der Testung geändert (siehe Figur 2).

Im Sinne der vorliegenden Erfindung ist es nicht ausgeschlossen, und für bestimmte Verfahren zur kontinuierlichen Testung von Materialien durchaus bevorzugt, dass mehr als ein Baustein pro Einheit zur Aufnahme von einem Baustein
5 vorliegen. Dies gilt beispielsweise, wenn als Mittel zur Analyse ein IR-Thermographie-Verfahren verwendet wird, welches es erlaubt, Bausteine innerhalb einer Einheit zur Aufnahme zu diskriminieren.

Auswahl, Mittel zur: Die erfindungsgemäße Vorrichtung weist
10 optional mindestens ein Mittel zur Auswahl mindestens eines Bausteines aus einer Menge von mindestens zwei Bausteinen auf. Diese Auswahl ist typischerweise mit einem Transport von mindestens einem Baustein verbunden. Bei der Durchführung der Auswahl(operation) können alle dem Fachmann bekannten mechanische oder physikalische Methoden zur Auswahl von Bausteinen aus einer Menge
15 von Bausteinen angewandt werden, die geeignet sind, diskrete Teilmengen zu erzeugen und diese von der Ausgangsmenge zu trennen. Vorzugsweise kommen pneumatische Transportmethoden (Über- oder Unterdruck anlegen), mechanisch bewegte Elemente, optische Zangen, Schallfelder, elektrostatische Methoden, magnetische Methoden, Piezoelemente, Gravitation u. ä. sowie Kombinationen vorstehender Methoden zum Einsatz. Bezüglich der mechanischen Methoden werden
20 Räder, Kämme, Fließbänder, Schnecken, „Drehtüren“, Picker, Dosier-Vorrichtungen u. ä. bevorzugt.

Die genannten Methoden werden bevorzugt in einem definierten Zeitintervall angewandt, bis die geforderte Teilmenge gebildet wurde. Diese Teilmenge wird anschließend vorzugsweise mit einem Mittel zum Transport weiterverarbeitet oder weitergeleitet.

Vorzugsweise ist das Mittel zur Auswahl konstruktiv so ausgelegt, dass aus einer
30 Menge M mit einer Anzahl von N Bausteinen ein oder mehrere Baustein(e) zufäl-

lig oder definiert ausgewählt und optional an ein Mittel zum Transport übergeben wird/werden. Ein Mittel zur Auswahl genau eines Bausteins wird im Sinne der vorliegenden Erfindung auch als "Mittel zur Vereinzelung" bezeichnet.

- 5 Vorzugsweise befinden sich die ausgewählten Bausteine während des gesamten Auswahlprozesses in einem definierten, vorzugsweise stationären Zustand. Dabei ist weiter bevorzugt, dass dieser Zustand reaktionstechnisch stationär ist. Dies kann beispielsweise dadurch gewährleistet werden, dass die ausgewählten Bausteine während oder vor der Auswahl vollständig oder auch abschnittsweise unter
- 10 Verwendung von mindestens einem Mittel zur Zufuhr mit Fluiden zur Konditionierung und/oder Reaktion überströmt werden, sich unter einem definierten Druck befinden, und/oder definiert, auch abschnittsweise, temperiert werden. Hierdurch wird gewährleistet, dass sich die Bausteine beim Übergang in die nächste Operation bereits im dort gewünschten Zustand befinden.

15

Baustein:

Der Begriff Baustein bezeichnet eine einzelne definierte Einheit, welche sich einzeln oder in Gruppen (Teilmengen) innerhalb der erfindungsgemäßen Vorrichtung befindet und die aus einer oder mehreren Komponenten bzw. Materialien bestehen kann. Die Materialien, aus denen der Baustein bevorzugt aufgebaut ist, sind im Rahmen der vorliegenden Erfindung

20 nicht-gasförmige Substanzen, wie zum Beispiel Feststoffe, Flüssigkeiten, Sole, Gele, wachsartige Substanzen oder Substanzmischungen, Dispersionen, Emulsionen oder Suspensionen, wobei Feststoffe besonders bevorzugt sind.

- 25 Dabei kann es sich im Rahmen der erfindungsgemäß eingesetzten Substanzen für die Bausteine um molekulare und nicht-molekulare chemische Verbindungen bzw. Formulierungen, bzw. Gemische bzw. Materialien handeln, wobei der Begriff „nicht-molekular“ Substanzen definiert, die kontinuierlich variiert bzw. verändert werden können, im Gegensatz zu „molekularen“ Substanzen, deren struktu-

relle Ausprägung sich lediglich über eine Variation von diskreten Zuständen, also beispielsweise der Variation eines Substitutionsmusters, verändern lassen.

Die Zusammensetzung der Bausteine umfasst sowohl die stöchiometrische als
5 auch die Substanz- und Element-Zusammensetzung der zu testenden Materialien,
die von Material zu Material unterschiedlich sein kann. Somit ist es erfindungs-
gemäß möglich, Materialbibliotheken herzustellen bzw. zu testen, die aus Mate-
rialien bestehen, die bezüglich ihrer Element-Zusammensetzung zwar identisch
sind, wobei jedoch die stöchiometrische Zusammensetzung der das Material aus-
10 machenden Elemente zwischen den einzelnen Materialien unterschiedlich ist; fer-
ner ist es möglich, dass die Materialbibliothek aus Bausteinen aufgebaut ist, die
sich bezüglich ihrer Element-Zusammensetzung jeweils unterscheiden; selbstver-
ständlich ist es ebenfalls möglich, dass sich die einzelnen Materialien jeweils in
ihrer stöchiometrischen und Element-Zusammensetzung unterscheiden. Ferner ist
15 es möglich, dass die Materialbibliothek aus Bausteinen aufgebaut ist, die bezüg-
lich ihrer Element-Zusammensetzung und stöchiometrischen Zusammensetzung
identisch sind, sich jedoch bezüglich der physikalischen oder chemischen oder
physikalisch-chemischen Eigenschaften als Folge eines Behandlungsschritts un-
terscheiden. Dabei bezieht sich der hier verwendete Begriff „Element“ auf Ele-
20 mente des Periodensystems der Elemente. Unter dem Begriff „Substanz“ sind hier
Materialien, Komponenten oder Vorläufer-Komponenten, welche zu einem Mate-
rial führen, zu verstehen.

In der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann die Art der eingesetzten Bausteine
25 im Prinzip beliebig variiert werden (so lange diese, beispielsweise, bestimmten
geometrischen Anforderungen genügen). Die Art der Bausteine, die beispielswei-
se über Mittel zur Zufuhr während der kontinuierlichen Testung in die Vorrich-
tung eingetragen werden, kann auch während der kontinuierlichen Testung geän-
dert bzw. alterniert werden. So ist es beispielsweise denkbar, dass zunächst Kata-
30 lysator-Beads eingetragen werden, im weiteren Verfahren allerdings Mikro-
Behälter mit Pulvern.

Erfindungsgemäße Bausteine können beispielsweise sein: heterogene oder heterogenisierte Katalysatoren, Luminophore, thermoelektrische, piezoelektrische, halbleitende, elektrooptische, supraleitende oder magnetische Substanzen oder
5 Gemische aus zwei oder mehr dieser Substanzen, insbesondere intermetallische Verbindungen, Oxide, Oxidmischungen, Mischoxide (z. B. Gemische aus zwei oder mehr Oxiden), ionische oder kovalente Verbindungen von Metallen und/oder Nichtmetallen, Metallegierungen, Keramiken, organometallische Verbindungen und Verbundmaterialien, Dielektrika, Thermoelektrika, magnetoresistive und ma-
10 gnetooptische Materialien, organische Verbindungen, Enzyme und Enzymgemische, pharmazeutische Wirkstoffen, Substanzen für Futter und Futterergänzungsmittel, Substanzen für Nahrungs- und Nahrungsergänzungsmittel, Kosmetika.

Ebenso ist es möglich, und im Rahmen der Katalysator-Forschung auch bevorzugt,
15 zuzusetzen, dass durch eine geeignete unterschiedliche Elementzusammensetzung eine Vielzahl von zwar weitgehend ähnlichen, sich in ihren Elementen jedoch in zumindest einem Element unterscheidenden Materialien pro Baustein vorliegt, und somit möglichst viele oder sämtliche Materialvarianten einer Mischung getestet werden können.

20

Die jeweils eingesetzten Bausteine können bezüglich ihrer (chemischen) Zusammensetzung untereinander gleich oder verschieden sein, wobei letzteres bevorzugt ist. Die Bausteine können bezüglich ihrer äußeren Form bzw. geometrischen Ausgestaltung gleich oder verschieden sein, wobei ersteres bevorzugt ist. Teilmengen
25 von Bausteinen können auch auf und/oder in geeigneten Vorrichtungen gruppiert werden und dann vorzugsweise einem kontinuierlichen Testverfahren unterzogen werden.

Zur Herstellung der Bausteine können alle dem Fachmann bekannten Herstellungsverfahren zur Anwendung kommen. Solche Herstellungsverfahren sind bei-
30

spielsweise aus der kombinatorischen Materialforschung bekannt. Insbesondere wird in diesem Zusammenhang auf das in der DE-A 100 59 890 beschriebene „Verfahren zur Herstellung einer Vielzahl von Bausteinen einer Materialbibliothek“ verwiesen, welches in vollem Umfang in den Kontext der vorliegenden
5 Anmeldung mit einbezogen wird. Ebenso wird diesbezüglich auf die Herstellungsverfahren der DE-A 100 42 871 sowie der WO 99/59716 verwiesen.

Die Herstellung der Bausteine kann sowohl außerhalb als auch innerhalb der erfindungsgemäßen Vorrichtung erfolgen, wobei auch eine außerhalb der erfindungsgemäßen Vorrichtung vorgenommene Teil- oder Vorherstellung in Kombi-
10 nation mit einer in der erfindungsgemäßen Vorrichtung durchgeführten Fertigstellung der Bausteine denkbar ist, insbesondere unter dem Gesichtspunkt, dass ein Baustein auch aus mehreren Komponenten aufgebaut sein kann. Bevorzugt ist das Herstellen des Bausteins außerhalb der erfindungsgemäßen Vorrichtung und
15 das Konditionieren des besagten Bausteins innerhalb der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei einem Baustein der Bibliothek um einen definierten Formkörper mit beliebiger
20 Form, beispielsweise Kugel, Monolith, Quader, polyedrischer Körper, zylindrischer Körper, beispielsweise realisiert als "Bead", "Pellet" oder Tablette. Dabei soll der Körper in einer für die in der erfindungsgemäßen Vorrichtung durchzuführenden Verfahrensschritte ausreichenden mechanischen Stabilität vorliegen. Ein Baustein kann sich aus einer Vielzahl gleichartiger oder verschiedenartiger
25 einzelner Körper zusammensetzen.

Handelt es sich bei den zu testenden Materialien um heterogene Katalysatoren, kommen vorzugsweise kugelförmige Vollkatalysatoren, kugelförmige Schalenkatalysatoren oder kugelförmige Trägerkatalysatoren zum Einsatz. Der Durch-
30 messer der kugelförmigen Bausteine liegt vorzugsweise im Bereich von 1 µm bis

50 cm, weiter bevorzugt im Bereich von 10 µm bis 2 cm und besonders bevorzugt im Bereich von 100 µm bis 5 mm.

5 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform haben die Formkörper einen metallischen Kern oder sind anderweitig magnetisiert, so dass zum Transport und zur Handhabung der Bausteine ein oder mehrere Magnetfelder zum Einsatz kommen können.

10 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform können mit der vorliegenden Erfindung auch pulverförmige oder als Schüttgut vorliegende Materialien auf ihre Performance-Eigenschaften überprüft werden. Damit ein solches Pulver einfach transportiert werden und auch in Nachbarschaft mit anderen Bausteinen vorliegen kann, befinden sich derartige Bausteine bevorzugt in speziellen Mitteln zur Speicherung, beispielsweise Bausteinbehältern, die eine Zu- und Abfuhr von Fluiden,
15 elektromagnetische Strahlung etc. zum Baustein erlauben. Die Behälter bzw. Mittel zur Speicherung der Pulver können zusätzlich mit Membranen versehen sein (für entsprechende Ausführungsformen der Membranen siehe DE-A 101 17 275). Diese Mittel zur Speicherung müssen so ausgestaltet sein, dass sie sowohl die Vielzahl an Bausteinen (Pulver) aufnehmen können als auch in die Einheiten
20 zur Aufnahme des erfindungsgemäßen nicht-stationären Bauteils passen.

Die besagten Behälter können als geometrische Körper beschrieben werden. Dabei ist ein solcher Behälter, der in diesem Fall zugleich als Baustein fungiert, vorzugsweise ein geometrischer Körper, dessen maximaler Radius, gemessen vom
25 geometrischen Schwerpunkt, zwischen 1 mm und 20 cm liegt. In einer bevorzugten Ausführungsform sind diese Behälter mit Fritten bzw. Membranen versehen. Die Behälter können offen oder verschlossen sein, wobei bei geschlossenen Behältern in bevorzugten Ausführungsformen Maßnahmen getroffen werden können, damit die Behälter nach dem Abschluss des Testverfahrens wieder geöffnet
30 werden können. Außerdem ist es möglich, für einzelne Testoperationen eine au-

tomatische Öffnung der Behälter durchzuführen, damit ein Test auf bevorzugt eine Performance-Eigenschaft, beispielsweise eine XRD-Charakterisierung (Pulver-Diffraktometrie) eines Pulvers, durchgeführt werden kann. Nach Abschluss einer solchen Operation kann der Behälter wieder verschlossen und an die nächste
5 Operation übergeben werden. Ein Beispiel für eine spezielle Ausführungsform der Behälter sind die KanTM-Reaktoren, die kommerziell von der Firma Irori, San Diego, California, erhältlich sind.

10 In einer speziellen Ausführungsform der Erfindung werden pulverförmige Materialien in Behältern verwendet, die direkt in den Behältern, beispielsweise durch Anwendung des in der DE-A 100 59 890 beschriebenen Verfahrens, synthetisiert wurden. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind die Behälter zudem mit einem Merkmal versehen, das eine eindeutige Identifikation des Behälters und/oder des darin enthaltenen Materials erlaubt. Für eine solche Codierung
15 kommen vorzugsweise solche Methoden in Frage, die sich während der Durchführung des Verfahrens inert verhalten und ausreichend stabil gegen die anzuwendenden Umgebungsbedingungen sind. Beispiele für solche Methoden sind in der DE-A 101 17 274 sowie in der DE-A 101 17 275 beschrieben, welche diesbezüglich im vollen Umfang in den Kontext der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen
20 werden.

In diesem Zusammenhang ist zu bemerken, dass auch Bausteine, die sich nicht in einem Behälter befinden, mit einer Codierung zur Identifikation des Bausteines versehen sein können. Beispiele für solche Methoden sind ebenfalls in der DE-A
25 101 17 274 sowie in der DE-A 101 17 275 beschrieben, welche diesbezüglich ebenfalls in vollem Umfang in den Kontext der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen werden.

Bauteil: Als Bauteil im Sinne der vorliegenden Erfindung ist
30 prinzipiell jeder körperlich bestimmte Bestandteil der erfindungsgemäßen Vor-

richtung zu verstehen. Dabei ist zwischen feststehenden und nicht feststehenden Bauteilen zu unterscheiden. Ein feststehendes Bauteil bleibt während der Durchführung des Verfahrens, hier insbesondere der Testung, welches bestimmungsgemäß mit der Vorrichtung durchgeführt wird, räumlich unverändert, d.h. es ändert
5 seine relative Lage zu einem imaginären ruhenden Bezugspunkt außerhalb der erfindungsgemäßen Vorrichtung nicht. Entsprechend ist ein nicht feststehendes Bauteil dadurch ausgezeichnet, dass es seine räumliche Lage gegenüber dem besagten Bezugspunkt, zumindest teilweise, ändert.

10 Bezüglich der Materialien, aus denen sich die Bauteile, die die erfindungsgemäße Vorrichtung konstituieren, zusammensetzen, gilt das oben bezüglich der Materialien für die Vorrichtung als solche Geschriebene. Es ist bevorzugt, dass sowohl das feststehende Bauteil als auch das nicht feststehende Bauteil ihrerseits jeweils aus mehreren Bestandteilen zusammengesetzt sind.

15

Befestigung, Mittel zur: Als Mittel zur Befestigung im Sinne der Erfindung gilt jedes Mittel, welches mindestens einen Teil der Vorrichtung, insbesondere ein Bauteil, mit mindestens einem weiteren Teil der Vorrichtung, insbesondere einem anderen Bauteil, verbindet. Bevorzugt ist diese Verbindung so ausgestaltet, dass
20 sie sich nach der erfindungsgemäßen Verwendung wieder lösen lässt. Die Verbindung soll weiterhin so ausgestaltet sein, dass sie den während der kontinuierlichen Testung herrschenden Bedingungen standhält. Ansonsten bestehen bezüglich der Mittel zur Befestigung keine prinzipiellen Beschränkungen. Als Beispiele für mechanisch reversibel zu lösende Mittel zur Befestigung seien genannt: Schrauben,
25 Verschraubungen, Stifte, Gewinde, die in Bauteilen eingelassen sind, Klammern, Spangen, Federn etc.

Rein prinzipiell sind auch nicht mechanisch zu lösende Mittel zur Befestigung denkbar wie beispielsweise Verklebungen, Verschweißen, Bonden, Kontaktieren,
30 Verpressen, Vernieten etc. Im Sinne der vorliegenden Erfindung sind auch solche

Mittel eingeschlossen, die Teile der Vorrichtung in einer bestimmten Position halten und gleichzeitig eine Bewegung zwischen mindestens zwei Bauteilen gewährleisten oder fördern. Solche Mittel zur Befestigung sind beispielsweise Lager, insbesondere Kugellager, gleitende und/oder haftende Schichten (Schmierungen, insbesondere mit Graphit oder Hartmetallsulfiden, beispielsweise Molykote™) zu verstehen.

Bevorratung, Mittel zur: Die erfindungsgemäße Vorrichtung weist optional mindestens ein Mittel zur Bevorratung von mindestens zwei Bausteinen auf. Dies umfasst die Bevorratung und/oder Speicherung einer definierten Menge von Bausteinen einer Materialbibliothek in einer definierten geometrischen Form/Vorlage (z. B. Vorrats- bzw. Vorlagebehälter) unter definierten Bedingungen. Findet die Bevorratung in Kombination mit einer Konditionierung statt, können zusätzliche Maßnahmen getroffen werden, die eine negative Beeinflussung zwischen den Bausteinen, z. B. Verklebungen, vermeiden. Möglich sind beispielsweise mechanische Umwälzungen, Spülungen, Spülungen zum Austrag von Abrieb, gezielter Austrag unerwünschter Produkte, z. B. Ableitung von Kondensaten u. ä..

Die Bausteine der Materialbibliothek können räumlich zufällig oder räumlich adressierbar im Mittel zur Bevorratung vorliegen, beispielsweise als Wirbelschicht in Schwebe oder in Agitatoren unter lebhafter Durchmischung oder Durchlüftung mit beispielsweise Pressluft oder Gas. Die Bevorratung steht typischerweise am Anfang des Verfahrens, welches mit Hilfe der erfindungsgemäßen Vorrichtung durchgeführt wird. So kann beispielsweise ein Baustein aus einem (konditionierten) Vorratsbehälter entnommen und in eine Einheit zur Aufnahme des Bausteins überführt werden. In dieser Einheit kann der Baustein dann kontinuierlich konditioniert, getestet, bewertet etc. werden. Ein Baustein wird vorzugsweise mit Hilfe eines Mittels zur Auswahl vom Mittel zur bevorratung zu einem anderen Teil der erfindungsgemäßen Vorrichtung befördert.

Bewertung:

Mit Hilfe der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist es möglich, einen oder mehrere Bausteine bezüglich mindestens einer Performance-Eigenschaft zu bewerten. Die Bewertung(soperation) dient dazu, einen oder mehrere während der Testung mit Hilfe eines Mittels zur Analyse aufgenommenen Messwert(e) für einen oder mehrere Bausteine in Relation zu einem oder mehreren definierten Referenzwerten, oder absolut, zu bewerten, und aus dieser Bewertung eine logische Schlussfolgerung für den weiteren Ablauf des Testalgorithmus für den oder die getesteten Bausteine zu ziehen. Die Operation einer Bewertung bedient sich typischerweise des mindestens einen Mittels zur Analyse sowie eines Mittels zum Erfassen und Auswerten von Daten.

Die Bewertungsoperation wird vorzugsweise unter Zwischenschalten des Mittels zum Erfassen und Auswerten von Daten durchgeführt, kann aber auch direkt als Reaktion auf einen mit Hilfe eines Mittels zur Analyse erhaltenen Messwert, beispielsweise mechanisch, z. B. durch die Reaktion eines Bimetalls auf eine Temperaturänderung, die durch einen Baustein beim Test auf eine Performance-Eigenschaft verursacht wird, oder auch elektrisch, beispielsweise durch einen elektrischen Schalter, der erst anspricht, wenn ein bestimmter Spannungswert als Reaktion auf eine gemessene Performance-Eigenschaft eines Bausteines erreicht wird, umgesetzt werden.

Eine wesentliche Folge der Bewertung besteht in der Zuordnung eines Bausteines zu einer bestimmten Klasse. Diese Folge kann zu weiteren Operationen führen, zu deren Umsetzung weitere Mittel notwendig sein können, insbesondere Mittel zum Transport und/oder Mittel zur Klassifizierung. In einer bevorzugten Ausführungsform erfolgt mit Hilfe einer bedingten Transportoperation die geometrische Zuordnung des Bausteines zu einer Bausteinklasse in einem Sammelbehälter. Eine weitere bevorzugte logische Schlussfolgerung besteht in der bedingten Kodierung eines Bausteines in einer Klassifizierungsoperation, beispielsweise durch Markieren des Bausteins mit fluoreszierenden Stoffen oder radioaktiven Substanzen.

Eine weitere mögliche Folge der Bewertung besteht in der bedingten Änderung des Parametersatzes P der Testoperation. In einer bevorzugten Ausführungsform bedeutet dies, dass der Baustein bei Erfüllung eines definierten Testkriteriums, beispielsweise eines erzielten Umsatzgrades in einer chemischen Reaktion, im gleichen Reaktionsraum direkt anschließend einem weiteren Test unter veränderten Testbedingungen (mit neuem Parametersatz P) unterzogen wird.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann die Folge einer Bewertung sein, dass bei der Erfüllung eines definierten Testkriteriums, beispielsweise eines erzielten Umsatzgrades in einer chemischen Reaktion, neben dem im ersten Test angewandten Mittel zur Analyse (beispielsweise Infrarot-Thermographie) ein weiteres Mittel zur Analyse zur detaillierteren Analyse des Produktgemisches angewendet wird, beispielsweise ein Massenspektrometer.

15

Das physikalische Zuordnen von Bausteinen zu einer entsprechenden Klasse erfolgt anschließend an die Bewertung durch eine Klassifizierungsoperation. Wird die Bewertungsoperation in Abhängigkeit von der Materialzusammensetzung des getesteten Bausteines durchgeführt (wenn beispielsweise die Testoperation(en) eine solche Charakterisierung umfassen), ist es nicht in jedem Falle notwendig, ein physikalisches Zuordnen der Bausteine durchzuführen. In einer bevorzugten Ausführungsform wird das Bewertungsergebnis dann der Materialzusammensetzung des Bausteines und nicht dem Baustein an sich zugeordnet und diese Relation in einer dem Fachmann bekannten Art und Weise ausgegeben und/oder in elektronischer Form gespeichert.

Eigenschaftsausprägung: Der Begriff Eigenschaftsausprägung bezeichnet physikalische, chemische oder physikalisch-chemische Zustände der einzelnen Materialien innerhalb der Materialbibliothek; beispielhaft sind hier zu nennen: Oxidationsstufe, Kristallinität, Zusammensetzung, Struktur, Koordinationsgeometrie etc.

Durch die Möglichkeit der Kontaktierung der Bausteine mit Fluiden und/oder elektromagnetischer Strahlung wie beispielsweise Magnetfelder, Licht, UV-VIS, Röntgenstrahlen, Mikrowellen etc., können eine Vielzahl von Performance-Eigenschaften getestet werden, die Aussagen darüber geben, ob die Bausteine geeignete Katalysatoren, Thermoelektrika, Supraleiter, magnetoresistive Materialien, etc. sind.

Einstellen des Parametersatzes P, Mittel zum: Unter Mitteln zum Einstellen des Parametersatzes P sind im Sinne der vorliegenden Erfindung alle Mittel zu verstehen, mit Hilfe derer mindestens einer der Parameter, der während der kontinuierlichen Testung verändert werden kann, (i) eingestellt, (ii) kontrolliert, (iii) gesteuert und/oder (iv) geregelt wird. Beliebige Kombinationen und/oder Abfolgen von Einstellen, Kontrolle, Steuern und Regeln sind gleichfalls eingeschlossen. Bezüglich der Parameter besteht keine Einschränkung, außer dass sie sich während der kontinuierlichen Testung ändern oder ändern lassen können müssen. Beispiele für solche Parameter sind Temperatur, Druck, Partialdruck, Fluidzusammensetzung, Strömungsgeschwindigkeit des Fluids, Anwesenheit von magnetischen oder elektromagnetischen Feldern etc.

20

Ein Mittel zum Einstellen des Parametersatzes P kann beispielsweise ein Thermoelement sein, welches die Temperatur aufnimmt, d.h. kontrolliert. Ein solches Mittel kann auch eine Kombination aus Thermoelement, Computer und Heizkerze sein, wobei das Thermoelement die Temperatur aufnimmt, der Computer die Temperatur mit einem Sollwert vergleicht und gegebenenfalls eine Heizkerze ansteuert, deren Heizleistung erhöht oder erniedrigt werden kann. Eine solche Kombination vereinigt die Aufgaben der Kontrolle, des Einstellens und des Regeln und Steuerns.

25

Erfassen und Auswerten von Daten, Mittel zum: Unter Mitteln zum Erfassen und Auswerten von Daten sind im Sinne der vorliegenden Erfindung alle Mittel zu verstehen, mit Hilfe derer Daten, und dabei insbesondere Ergebnisse eines Mittels zur Analyse oder Parameter P, (i) aufgenommen, (ii) ausgewertet oder (iii) zur Steuerung von Operationen im Rahmen der kontinuierlichen Testung von Materialien weiterverarbeitet werden. Beliebige Kombinationen von (i) bis (iii) sind explizit eingeschlossen. Die Mittel zum Erfassen und Auswerten von Daten werden insbesondere zur Steuerung und zur Regelung sowie zur Automatisierung von einzelnen Schritten oder des gesamten Verfahrens zur kontinuierlichen Testung von Materialien eingesetzt.

Diese Mittel sind typischerweise als Mikroprozessoren (Chips) realisiert, die sich an der oder in der Vorrichtung befinden, oder, vorzugsweise, als eine Datenverarbeitungsanlage (Computer), die sich an zentraler Stelle, auch außerhalb der eigentlichen Vorrichtung, befindet und typischerweise über einen Prozessor verfügt, sowie über Programmcodemittel (software).

Fluid: Ein Fluid im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jede Substanz, bei welcher sich die elementaren Bestandteile, die die Substanz aufbauen, beispielsweise Elemente oder Moleküle, aber auch Agglomerate davon, gegeneinander bewegen, und insbesondere keine Fernordnung zueinander aufweisen. Darunter fallen z.B. Flüssigkeiten, Gase, Wachse, Dispersionen, Fette, Suspensionen, Schmelzen, pulverförmige Feststoffe usw. Sofern das Medium in flüssiger Form vorliegt, werden auch mehrphasige flüssige Systeme darunter verstanden. In jedem Fall sind auch alle Mischungen der oben genannten Substanzen eingeschlossen.

Klassifizierung, Mittel zur: Die erfindungsgemäße Vorrichtung umfasst optional mindestens ein Mittel zur Klassifizierung von mindestens einem Baustein. In der mit dem Mittel zur Klassifizierung durchgeführten Klassifizierungsoperation wird eine physische Klassifizierung (=Einordnung) der getesteten Bausteine ent-

sprechend dem Ergebnis einer Bewertungsoperation vorgenommen. In einer bevorzugten Ausführungsform stellt die Klassifizierung damit eine bedingte Ausführung einer Transportoperation, gekoppelt mit einer Bewertung, dar. Entsprechend der Erfüllung oder Nichterfüllung von Bedingungen, die aus dem Ergebnis der Bewertung in Form einer logischen Schlussfolgerung abgeleitet worden sind, werden eine oder mehrere gerichtete Transportfunktionen ausgeführt. Damit werden chemische Eigenschaften, die in der Testoperation ermittelt und in der Bewertungsoperation bewertet wurden, direkt in eine physische Klassifizierung umgesetzt.

10

Die Anzahl möglicher Klassen, die mit dem mindestens einen Mittel zur Klassifizierung gebildet werden kann, ist nicht prinzipiell limitiert. Vorzugsweise werden die getesteten Bausteine meist zwei Klassen physisch zugeordnet, in anderen bevorzugten Ausführungsformen ist jedoch auch die Bildung von drei oder mehr Klassen möglich. In einer bevorzugten Ausführungsform ist es möglich, die Bausteine räumlich adressierbar zu klassifizieren, so dass auch im Nachhinein das Testergebnis an einem einzelnen Baustein einem einzelnen Baustein anhand seiner räumlich adressierbaren Lage zugeordnet werden kann. Vorzugsweise erfolgt diese räumlich adressierbare Klassifikation so, dass die Bausteine nach mindestens einer Testung in einem definierten Format, beispielsweise einem Behälter oder einer Mikrotiterplatte abgelegt werden. Dabei besteht prinzipiell die Möglichkeit, dass Bausteine einer gleichen Klasse in der gleichen bzw. äquivalenten Arrayform abgelegt werden oder alle Bausteine in einer oder einer dazu äquivalenten Arrayform abgelegt werden und später beispielsweise durch einen Picker (pick-and-place, Greifer) ein Ausschluss von Bausteinen erfolgt, die einer bestimmten Klasse zugeordnet werden können (d. h. Umsortieren aus dem Array heraus).

30

Das Mittel zur Klassifizierung im Sinne der vorliegenden Erfindung umfasst optional auch ein Mittel zur Kodierung. Bezüglich näherer Einzelheiten einer möglichen Kodierung von Bausteinen sei an dieser Stelle auf die DE-A 101 17 274

verwiesen, deren Inhalt diesbezüglich voll umfänglich in den Kontext der vorliegenden Anmeldung durch Bezugnahme mit aufgenommen wird. Dabei wird die Klassifikation durch eine Kodierung der Bausteine der Materialbibliothek durchgeführt. In diesem Sinne sind Bewertung und Klassifikation zusammengefasst, d.h. das Mittel zur Bewertung kann gleichzeitig als Mittel zur Kodierung dienen. Wird die Klassifikation am Ende eines Testalgorithmus durchgeführt, so erfolgt die Ablage der getesteten Bausteine in den dafür vorgesehenen Klassen vorzugsweise in Mitteln zur Speicherung, die als Bevorratungsgefäße für einen weiteren Test-Zyklus eingesetzt werden können, so dass die Bausteine problemlos im weiteren integrierten Hochdurchsatz-Arbeitsablauf verarbeitet werden können.

Vorzugsweise ist das mindestens ein Mittel zur Klassifizierung durch den Einsatz anderer erfindungsgemäßer Mittel wie folgt realisiert, wobei die nachstehend genannten Mittel jeweils noch mit einem Mittel zur Analyse und/oder einem Mittel zum Erfassen und Auswerten von Daten gekoppelt sein können:

(i) über ein Mittel zur Zufuhr wird ein Baustein physikalisch, chemisch oder physikochemisch verändert; so kann beispielsweise einem Baustein ein fluoreszierendes oder ein radioaktives Material zugeführt werden und der Baustein dadurch physikalisch, chemisch oder physikalisch-chemisch verändert werden;

(ii) mit Hilfe eines Mittels zum Transport wird ein Baustein in ein Mittel zur Bevorratung oder eine andere Ablage/Vorlage einsortiert;

25

(iii) mit Hilfe eines Mittels zum Erfassen und Auswerten von Daten wird eine Korrelation hergestellt zwischen einer Eigenschaft eines Bausteins sowie dessen (chemischer) Zusammensetzung. So kann beispielsweise in einem ersten Testschritt auf eine Performance-Eigenschaft gete-

stet werden und in einem zweiten Schritt die Zusammensetzung des Bausteins per Analyse ermittelt werden. Diese klassifizierende Information kann abgespeichert werden;

- 5 (iv) beliebige Kombinationen von (i) bis (iii).

Konditionierung: Die erfindungsgemäße Vorrichtung umfasst optional die Möglichkeit der Konditionierung von mindestens einem Baustein. Die Konditionierungsoperation umfasst dabei die Behandlung einer definierten Menge oder
10 Teilmenge von Bausteinen einer Materialbibliothek unter definierten Bedingungen, die durch den Parametersatz P beschrieben werden können. Der Parametersatz kann physikalische, chemische, mechanische und/oder biologische Parameter inklusive zeitlicher Abhängigkeiten sowie beliebige Kombinationen davon umfassen. Handelt es sich bei den Bausteinen um heterogene Katalysatoren, wird diese
15 Konditionierung beispielsweise unter Reaktionsbedingungen durchgeführt, um eine Formierung und/oder Alterung und/oder Aktivierung der Materialien zu erreichen. Denkbar sind außerdem Wärmebehandlungen, Oxidationen und/oder Reduzierungen der Katalysatoren, Alterungen mit Schadgasen, Regenerationen. Möglich sind auch Bedingungen, die denen einer Dampfbehandlung entsprechen
20 sowie hydrothermale Bedingungen und/oder Behandlungen mit elektromagnetischer Strahlung. Bevorzugt wird eine solche Konditionierung unter Zuhilfenahme mindestens eines Mittels zur Fluid-Zufuhr durchgeführt.

Die Vorbehandlung oder auch Konditionierung kann auch eine einstufige oder
25 mehrstufige Kalzinierung der Katalysatorvorläufer unter einer oder mehreren definierten Atmosphärenbedingungen umfassen. Prinzipiell ist es auch möglich, die Bausteine einer elektrischen, elektrochemischen oder optischen Behandlung bzw. Anregung zu unterziehen. Außerdem sind beliebige Kombinationen der oben angegebenen Parameter und Zustände möglich.

In einer speziellen Ausführungsform besteht die Konditionierung zudem darin, einen einzelnen Baustein oder eine definierte Menge oder Teilmenge von Bausteinen in erfindungsgemäß kontinuierlicher Art und Weise einem oder mehreren Stofftransportvorgängen bzw. einem oder mehreren Stoffaustauschvorgängen zu unterziehen. Möglich sind dabei Stofftransport- und Stoffaustauschvorgänge mit gasförmigen, flüssigen und festen Medien oder Mediengemischen, wie auch chemische Reaktionen mit gasförmigen, flüssigen und festen Medien oder Mediengemischen.

10 In einer speziellen Ausführungsform besteht die Konditionierung darin, dass auf einzelnen oder mehreren Bausteinen mindestens eine definierte Substanzmenge appliziert wird. Dabei können beispielsweise Syntheseverfahren wie die in der DE-A 100 59 222, in der DE-A 100 42 871 und in der DE-A 100 59 890 beschriebenen zur Anwendung kommen. Solche auf die Bausteine applizierten Substanzen und/oder Substanzgemische können durch Einwirkung von chemischen, physikalischen und/oder physikalisch-chemischen Parametern zur Reaktion gebracht werden, wodurch eine Konditionierung der Bausteine erreicht wird.

Vorzugsweise wird die Konditionierung unter stationären Bedingungen hinsichtlich der Konditionierungsparameter durchgeführt, damit sich die Bausteine der Bibliothek für die sich zeitlich anschließende Operation in einem stationären Zustand befinden. In diesem Fall wird die Konditionierung beispielsweise so durchgeführt, dass die Bausteine einer Katalysatorbibliothek in ihrer Einheit zur Aufnahme, d.h. typischerweise im Reaktionsraum, bei einer bestimmten Temperatur und einem definierten Druck kontinuierlich mit Reaktionsgas einer definierten Zusammensetzung (z. B. 1 % Kohlenwasserstoff in Luft) und einer definierten Menge überströmt werden.

Möglich sind aber auch zeitliche Änderungen des Parametersatzes in der Konditionierung zur Realisierung eines Konditionierungsprogramms. Dies ist beispielsweise

weise in den Fällen sinnvoll, in denen die Bausteine einer Katalysatorbibliothek vor dem Test nach einer bestimmten, definierten Prozedur angefahren werden müssen, damit eine optimale Katalysatorleistung erzielt werden kann.

- 5 In einer bevorzugten Ausführungsform wird die Konditionierung an einer Teilmenge bestehend aus so vielen Bausteinen durchgeführt, wie sie nach Maßgabe der Vorrichtung simultan in der Testoperation getestet werden können. Erlaubt beispielsweise die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Testung von Bausteinen das simultane Testen von drei Bausteinen, die sich jeweils in ihren Einheiten zur Aufnahme befinden, so ist es sinnvoll ein weiteres "Dreierpack" an Bausteinen in einem vorgeschalteten Schritt in jeweils ihren Einheiten zur Aufnahme zu konditionieren, beispielsweise durch Überströmen mit Reaktionsgas. Werden nun die drei getesteten Bausteine nach ihrer Testung weiter transportiert, so können die konditionierten Bausteine sofort an ihre Stelle treten, d.h. das Verfahren läuft kontinuierlich weiter.
- 10
- 15

- Kontinuierlich:** Der Begriff "kontinuierlich" bedeutet im Rahmen der vorliegenden Erfindung, dass eine ständige bzw. stetige Bewegung von Bausteinen entweder zueinander oder miteinander oder zueinander und miteinander innerhalb der erfindungsgemäßen Vorrichtung stattfindet. Die Begriffsdefinition kann auch einen kurzen Halt der Bausteine, vorzugsweise im Sekundenbereich, zur Durchführung von Operationen mit einschließen. Mögliche Betriebszustände können sein: alle Bausteine immer stetig in Bewegung; alle Bausteine bevorzugt zwischen zwei oder mehreren Schritten bzw. Operationen in stetiger Bewegung und während der Durchführung einer oder mehrerer Operationen kurzzeitig im Stillstand; Kombinationen derart, dass sowohl Bausteine während der Durchführung von einer oder mehreren Operationen in stetiger Bewegung sind, während einer oder mehreren anderen Operationen jedoch ein kurzzeitiger Stillstand der Bausteine in der operationsdurchführenden Vorrichtung vorliegt. Unter einem kurzzeitigen Stillstand ist dabei zu verstehen, dass ein Baustein über einen vorzugsweise kurzen Zeitraum an einer festen geometrisch definierten Position in-
- 20
- 25
- 30

nerhalb einer Vorrichtung oder Teilvorrichtung verweilt, vorzugsweise genau so lange, bis die Durchführung einer bestimmten Operation, beispielsweise die Ermittlung einer Performance-Eigenschaft des Bausteines, abgeschlossen ist.

- 5 Die erfindungsgemäße Vorrichtung kann auch in dem Sinne „kontinuierlich“ genannt werden, dass in definierten zeitlichen Abständen jeweils mindestens ein Baustein durch mindestens einen Eingang (inlet, Zufuhr) in die Vorrichtung oder in eine Teilvorrichtung eingebracht und/oder durch den mindestens einen Ausgang (outlet, Austrag) aus der Vorrichtung oder aus einer Teilvorrichtung ausge-
10 tragen wird, wobei der definierte zeitliche Abstand zwischen dem Ein- und/oder Austrag einer ersten Teilmenge von Bausteinen und einer zweiten Teilmenge von Bausteinen sowie zwischen der zweiten Teilmenge von Bausteinen und einer dritten Teilmenge von Bausteinen gleich oder verschieden voneinander sein kann. Zufuhr und Austrag können über dasselbe Mittel zur Zufuhr, beispielsweise eine
15 Öffnung, erfolgen.

In jedem Fall erlaubt die erfindungsgemäße Vorrichtung das Bewegen von mindestens einem Baustein relativ zu mindestens einem anderen Baustein in dem Sinne, dass sich die Position des einen Bausteins relativ zum anderen Baustein zumindest
20 einmal während des integrierten Verfahrens der Testung ändert. Diese räumliche Bewegung definiert im Sinne der vorliegenden Erfindung gleichfalls einen kontinuierlichen Ablauf des Verfahrens. Dadurch ist zumindest prinzipiell die Zahl der zu testenden Bausteine nicht durch die Ausgestaltung der Vorrichtung limitiert.

- 25 Damit ist die erfindungsgemäße Vorrichtung, wie bereits bei der Diskussion des Standes der Technik bemerkt, fundamental verschieden von den bekannten Vorrichtungen zur Hochdurchsatz-Testung von Materialien, da die Zahl der pro Testung einsetzbaren Bausteine prinzipiell limitiert ist, beispielsweise durch die Zahl an Rohren in Rohrbündelreaktoren oder die Zahl an Aussparungen in einer
30 Mikrotiterplatte oder die Größe des Substrats im Fall von auf ein Substrat abge-

schiedenen Materialbibliotheken. Auch ist das zusätzliche Ein- und/oder Ausspeisen von Bausteinen während der Testung in den Vorrichtungen nach dem Stand der Technik nicht möglich.

- 5 **Performance-Eigenschaften:** Bei Performance-Eigenschaften handelt es sich um messbare, bevorzugt katalytische, Eigenschaften (wie z. B. katalytische Aktivität und/oder Selektivität), der Bausteine der Materialbibliothek, die innerhalb einer beispielsweise automatisierten Testung (Analyse) mit geeigneten Sensoren erfasst werden. Die Performance-Eigenschaften können beispielsweise solche erster oder
10 solche zweiter Ordnung sein:

Unter Eigenschaften erster Ordnung werden im Rahmen der vorliegenden Erfindung weitestgehend diejenigen Eigenschaftsausprägungen verstanden, die mit Hilfe physikalischer Charakterisierungsmethoden gewonnen werden, wie z.B.
15 Röntgendiffraktion, LEED-Strukturaufklärung, EDX, Röntgenfluoreszenzanalyse; Röntgenphotoelektronen-Spektroskopie, Auger-Spektroskopie. Beispiele für Eigenschaften erster Ordnung sind: Atomabstand, Elementzusammensetzung, etc.

Unter Eigenschaften zweiter Ordnung werden diejenigen Eigenschaftsausprägungen verstanden, die mit Hilfe physikochemischer Charakterisierungsmethoden, wie z.B. Stickstoff-Adsorption (Oberflächendimensionen (BET)); TPD (Bindungsstärken von Absorbaten auf Oberflächen oder selektive Chemisorption - Größen der Oberflächen aktiver Zentren) zugänglich sind.
20

25

Substratlos: Wie oben im Stand der Technik aufgeführt, müssen Bausteine bei Verwendung der bekannten Vorrichtungen an festen Orten (Substrate, Arrays) positioniert sein. Im Gegensatz dazu werden erfindungsgemäß die Bausteine substratlos durch das Verfahren geführt, wobei substratlos bedeutet,

dass keine Ortsgebundenheit der Bausteine existiert. Das bedeutet, dass die Bausteine während der Durchführung des Verfahrens erfindungsgemäß kontinuierlich ihre geometrische Lage relativ zur oder in der erfindungsgemäßen Vorrichtung ändern können und/oder vorzugsweise auch eine geometrische Unabhängigkeit der Bausteine untereinander besteht.

Taktung: Das nicht feststehende Bauteil der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann rein prinzipiell stetig kontinuierlich bewegt werden, d.h. ohne anzuhalten mit einer gleichförmigen Geschwindigkeit. In einer bevorzugten Ausführungsform wird das nicht feststehende Bauteil allerdings getaktet vorwärts bewegt, d.h. in bestimmten Intervallen, in denen sich das Bauteil mit gleichförmiger Geschwindigkeit fortbewegt, sowie in anderen bestimmten Intervallen, in denen das Bauteil ruht. Bezüglich der Dauer und der Abfolge dieser Intervalle bestehen überhaupt keine Beschränkung.

15

Testung: Die Testung im Sinne der vorliegenden Erfindung umfasst zumindest: (i) die Durchführung einer Reaktion bzw. die Exposition der mindestens zwei zu testenden Bausteine auf Testbedingungen (Reaktionsbedingungen) oder (ii) die direkte oder indirekte Analyse der Reaktion des oder der Bausteine auf diese Exposition oder (iii) beides. Die Exposition kann dabei auf eine Substanz bezogen sein, beispielsweise ein Fluid, welches eine Reaktion auslösen kann, oder auf eine Art von Strahlung, insbesondere elektromagnetischer Natur, wie sie im Zuge einer Analyse auftritt.

Bei der Testung wird der zu testende Baustein unter definierten Bedingungen getestet, welche durch einen Parametersatz P, der für verschiedene Bausteine gleich oder verschieden sein kann, beschrieben werden können. Der Parametersatz kann physikalische, chemische, mechanische und/oder biologische Parameter inklusive zeitlicher Abhängigkeiten sowie beliebige Kombinationen davon umfassen. Wird ein Test auf die katalytischen Eigenschaften eines Bausteines durchgeführt, so

wird der Baustein beispielsweise definiert mit fluiden Reaktanden bei einer bestimmten Temperatur bzw. bei einem bestimmten Druck und unter bestimmten Strömungsbedingungen kontaktiert.

- 5 In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung befindet sich der zu testende Baustein während der Testung in einer definierten Position innerhalb der Vorrichtung zur Durchführung der Testoperation. Beispielsweise wird ein Baustein an eine definierte Stelle innerhalb der Vorrichtung, vorzugsweise einen Mikroreaktionsraum, gebracht und in dieser Position mit Fluiden kontaktiert.
- 10

Dabei kann sich in einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Reaktionsraum dadurch ergeben, dass der Baustein in seiner Einheit zur Aufnahme so innerhalb der Vorrichtung positioniert wird, dass er mit einem weiteren Bestandteil der Vorrichtung, beispielsweise einem Mittel zur Zufuhr, welches im feststehenden Bauteil der Vorrichtung integriert ist, in Kontakt ist. Vorzugsweise wird der Reaktionsraum als Zusammensetzung verschiedener Hohlräume und/oder Teile der erfindungsgemäßen Vorrichtung gebildet. Dabei kann sich die Geometrie des Reaktionsraumes während der Schritte bzw. Operationen verändern oder konstant bleiben.

15

20

Als Beispiel für die Bestimmung einer Performance-Eigenschaft werden daraufhin durch eine Analyse die vom Reaktionsraum abfließenden Fluide bzw. Reaktionsprodukte darauf überprüft, ob der Baustein über eine bestimmte katalytische Eigenschaft verfügt, beispielsweise die Fähigkeit, einen Kohlenwasserstoff in Gegenwart von Luft oder Sauerstoff partiell zu oxidieren.

25

Im erfindungsgemäßen Reaktionsraum werden dabei vorzugsweise dimensionslose Kennzahlen erzielt, wie sie in industrienahen reaktionstechnischen Ausführun-

- gen relevant sind (Levenspiel, Octave: Chemical Reaction Engineering, Third Edition, 1999, John Wiley & Sons, Inc., p. 660 and 661, DE-A 101 17 275). Der Reaktionsraum ist dabei vorzugsweise so gestaltet, dass nur sehr geringe oder keine Totvolumina auftreten. Eine Totvolumina-freie oder Totvolumina-arme geometrische Gestaltung des Reaktionsraumes hat den Vorteil, dass dadurch sehr kurze Antwortzeiten beim Test eines neuen Bausteines erzielt werden können. Zudem können längere Spülzeiten vermieden, sowie Zonen mit ungewünschter Kondensat- oder Abrieb-Ablagerung reduziert werden.
- 10 Direkt nach dem Test eines Bausteines wird der gestestete Baustein in einer bevorzugten Ausführungsform durch ein Mittel zum Transport übernommen und an die vom Mittel zur Automatisierung als nächste vorgesehene Operation übergeben. Gleichzeitig gelangt durch eine weitere Transportoperation der nächste Baustein zur Testung. Dieser nächste Baustein wird daraufhin sofort der Testung auf
- 15 vorzugsweise eine Performance-Eigenschaft unterzogen. Der Test kann dabei in einer bevorzugten Ausführungsform sofort beginnen, da sich der Baustein durch die vorherige Konditionierungsoperation bereits in einem stationären Zustand befindet.
- 20 Der Baustein befindet sich dabei in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform unter definierten, stationären Bedingungen. Dabei wird eine Analyse von Performance-Eigenschaften des Bausteins durchgeführt, die nach dem Fachmann bekannten Methoden erfolgen kann. Bevorzugt werden Methoden eingesetzt, mit denen eine Analyse von Performance-Eigenschaften innerhalb eines Zeitraumes
- 25 von weniger als 10 min, noch bevorzugter von weniger als 1 min, noch bevorzugter von weniger als 10 s und noch bevorzugter von weniger als 1 s pro Baustein durchgeführt werden kann. Entsprechend der Anordnung der Testoperation im Testalgorithmus kann definiert werden, welche Performance-Eigenschaften getestet und welche Informationstiefe dabei erzielt werden soll.

Die Methoden zur Analyse von Performance-Eigenschaften können entsprechend ihrer Informationstiefe in „Boolesche Methoden“ und Methoden mit größerer Informationstiefe eingeteilt werden. Boolesche Methoden liefern dabei beispielsweise eine Ja/Nein-Information über die Leistungsfähigkeit eines Bausteines im Hinblick auf eine Performance-Eigenschaft, beispielsweise die Aktivität des Bausteines als Katalysator in einer heterogen katalysierten Reaktion. Eine weitere mögliche Boolesche Information ist die Anwesenheit eines bestimmten Produktmoleküls. Solche Informationen können beispielsweise mit Analysentechniken wie photoakustischer Spektroskopie, IR-Transmission, IR-Emission, thermal deflection spectroscopy, Raman-Spektroskopie oder optischen Indikatordetektionen bestimmt werden. In diesem Zusammenhang wird insbesondere auch der diesbezügliche Inhalt der DE-B 198 30 607 vollumfänglich per Referenz in die vorliegende Anmeldung mit einbezogen.

In einer bevorzugten Ausführungsform können Boolesche Analyse-Methoden kombiniert werden, um bessere Aussagen hinsichtlich der untersuchten Performance-Eigenschaften zu gewinnen. Beispielfhaft sei die Kombination von photoakustischer Spektroskopie und IR-Thermographie genannt. Durch Infrarot-Thermographie kann z. B. die Aktivität eines Bausteines nachgewiesen werden, mit photoakustischer Spektroskopie kann z. B. nachfolgend ein Maß für die Menge des produzierten CO₂ angegeben werden. Daraus ableitend können aufgrund von bestimmten Bewertungsregeln in der Bewertungsoperation entsprechende Klassifizierungen vorgenommen werden. Höhere Informationstiefen wie Abstufungen in der Aktivität oder Selektivität können beispielsweise mit Methoden wie MS, GC, GC-MS und multidimensionaler Infrarot-Sensographie erhalten werden.

Transport, Mittel zum: Um in der erfindungsgemäßen Vorrichtung eine Testung von Bausteinen zu ermöglichen, sind typischerweise Transportoperationen, vermittelt durch ein Mittel zum Transport, notwendig. Ein Mittel zum Transport dient zum Bewegen von einem Baustein zwischen zwei räumlich verschiedenen Positionen innerhalb der Vorrichtung. Dabei kann die Bewegung in beliebiger Rich-

tung erfolgen sowie aus einer beliebigen Summe von Teilbewegungen zusammengesetzt sein. Bevorzugte Teilbewegungen sind Translation und Rotation. Im konkreten Fall des Rotierens eines nicht feststehenden Bauteils in Relation zu einem feststehenden Bauteil kann eine Abfolge von Bewegungen beispielsweise
5 wie folgt aussehen: Lösen des feststehenden Bauteils von nicht feststehenden Bauteil, beispielsweise durch Rücknahme des pneumatischen Anpressdruckes oder durch eine Translationsbewegung; Drehen (Rotation) des nicht feststehenden Bauteils; Anpressen des feststehenden Bauteils an das nicht feststehende durch Translation, beispielsweise vermittelt durch einen pneumatischen Mechanismus.

10

Der Transport von einzelnen Bausteinen der Materialbibliothek, einer Teilmenge oder der Gesamtmenge der Bausteine der Materialbibliothek ist dabei möglich. Dabei kann der Transport der Bausteine prinzipiell mit dem Fachmann bekannten Methoden, beispielsweise mechanischer oder physikalischer Art, erfolgen. Vorzugsweise kommen pneumatische Transportmethoden (Über- oder Unterdruck anlegen), mechanisch bewegte Elemente, Transportfluide, optische Zangen, Kraftfelder allgemein, Schallfelder, elektrostatische Methoden, magnetische Methoden, Piezoelemente, Gravitation u. ä. sowie Kombinationen vorstehender Methoden zum Einsatz. Von den mechanischen Methoden werden Räder, Kämme, Fließbänder, Schnecken, „Drehtüren“ (z. B. Flügelräder), Picker (z. B. Pick-and-Place-
20 Einrichtungen), Zangen, Greifer, Dosier-Vorrichtungen, Loren, Schläuche u. ä., und/oder Kombinationen davon, bevorzugt.

Im Sinne der vorliegenden Erfindung sind auch solche Bestandteile der erfindungsgemäßen Vorrichtung Mittel zum Transport, die den Transport nur indirekt vermitteln, oder die mit anderen Bestandteilen der Erfindung zum Zwecke des Bewegens eines Bausteins zusammenwirken. So kann beispielsweise ein Mittel zum Antrieb, wie ein Motor oder ein Federwerk, ein Mittel zum Transport sein. Gleichsam kann ein Mittel zur Kraftübertragung, wie ein Zahnrad, ein Riemen
25 oder eine Welle, ein Mittel zum Transport sein. Vorzugsweise zeichnet sich ein Mittel zum Transport dadurch aus, dass es (oder Teile davon) sich, ebenso wie das
30

nicht feststehende Bauteil, relativ zu einem feststehenden Bezugspunkt außerhalb der Vorrichtung im Raum bewegt.

Vorzugsweise befinden sich die transportierten Bausteine auf dem gesamten
5 Transportweg in einem definierten, vorzugsweise stationären, weiter bevorzugt
reaktionstechnisch stationären, Zustand. Dies kann vorzugsweise dadurch ge-
währleistet werden, dass der gesamte Transportweg definiert, auch abschnittswei-
se, mit Fluiden zur Konditionierung und/oder Reaktion durchströmt, umströmt
und/oder angeströmt wird, sich unter einem definierten Druck befindet sowie de-
10 finiert, auch abschnittsweise, temperiert wird. Durch diese Mittel wird gewährlei-
stet, dass sich die Bausteine beim Eintritt in die nächste Teilvorrichtung (bzw. den
nächsten Teil der Vorrichtung) bereits in dem dort jeweils gewünschten Zustand
befinden. Dadurch wird beispielsweise eine instantane Testung der Bausteine in
der Testoperation möglich und man erreicht einen stationären Testzustand des
15 Bausteines ohne Zeitverlust.

In der Regel sind für die Beschleunigung der Operation geringe Totvolumina
vorteilhaft. Neben der Transportfunktion kann wahlweise ein weiterer Betriebs-
modus realisiert werden, der die Spülung und Reinigung des verwendeten Modu-
20 les von ungewünschten Rückständen (Abrieb, Kondensate, verbleibende Gasmen-
ge, etc.) ermöglicht. Der Transportweg kann geometrisch so gestaltet sein, das
unerwünschte Rückstände wie Abrieb und Kondensate an definierten Stellen im
Transportsystem anfallen und dort definiert gesammelt und abgeführt werden
können.

25

Zufuhr, Mittel zur: Das mindestens eine Mittel zur Zufuhr, welches Bestandteil
der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist, soll dazu dienen, im Prinzip jede Sub-
stanz und/oder jede Art von Strahlung, die für die Testung von Relevanz sein
könnte, der Einheit zur Aufnahme eines Bausteins zuzuführen. Zu den zugeführ-
30 ten Substanzen zählen insbesondere (i) Fluide, insbesondere solche zum Kondi-

tionieren, Spülen und/oder Testen sowie (ii) die Bausteine. Bei den Fluiden handelt es sich beispielsweise um Reaktionsgase/flüssigkeiten, Konditioniergase/flüssigkeiten oder Gase zum Trocknen bzw. Heizen etc. Die zugeführte Strahlung ist insbesondere die Strahlung, die im Rahmen der jeweils eingesetzten
5 Analyse-Methode relevant ist. Dabei handelt es sich insbesondere um elektromagnetische Strahlung, bevorzugt um IR-, sichtbare und Röntgenstrahlung. Magnetfelder sind gleichfalls bevorzugt.

Ein Mittel zur Zufuhr kann gleichzeitig als Mittel zur Abfuhr der genannten Substanzen bzw. Strahlung dienen. Im Sinne der vorliegenden Erfindung können beliebig viele Zufuhren (feed, inlet) vorliegen, wobei eine beliebige Untermenge davon auch dem Abführen (discharge, outlet) dienen kann. Die Richtung der Zu- bzw. Abfuhr kann sich beliebig oft und zu beliebigen Zeiten im selben Mittel zur Zufuhr umkehren.
10

Es ist weiter bevorzugt, dass die Mittel zur Zufuhr aus Kanälen mit polyeder- bzw. kreisförmiger Querschnittsfläche bestehen, wobei sich die Querschnittsfläche über die Länge eines Kanals ändern kann, z.B. konisch zulaufen, oder gleich bleiben kann. Bezüglich der Ausgestaltung solcher Kanäle sei an dieser Stelle auf
15 die Anmeldung DE-A 101 17 275 verwiesen, deren hier relevanter Offenbarungsgehalt vollumfänglich mit einbezogen sein soll. Es ist bevorzugt, dass die Mittel zur Zufuhr zusammengesetzt sind, beispielsweise aus Kanal und Membran oder Kanal und verschließbarem Deckel oder Kanal mit Restriktion.
20

Die Mittel zur Zufuhr können auch als (passive) Drucksteuerungselemente fungieren, insbesondere als Druckverminderer, bzw. bei Vorliegen einer Pluralität von miteinander verbundenen Einheiten zur Aufnahme eines Bausteins, auch als Druck(gleich)verteiler. In diesem Sinne können die Kanäle auch in ihrer Länge, ihrem Verlauf und/oder ihrem Durchmesser so ausgestaltet sein, dass die jeweils
25 gewünschte Druckeinstellung erreicht bzw. optimiert wird. So ist es beispielsweise möglich, und im Sinne der vorliegenden Erfindung auch bevorzugt, die Kanäle mit mäanderförmigem Verlauf zu realisieren.
30

Zumindest das feststehende Bauteil der erfindungsgemäßen Vorrichtung muss über ein Mittel zur Zufuhr verfügen. Das nicht feststehende Bauteil kann, muss aber nicht, über ein Mittel zur Zufuhr verfügen. Das nicht feststehende Bauteil
5 kann beispielsweise so ausgestaltet sein, dass die dort eingelassene Einheit zur Aufnahme eines Bausteins eine offene Seite besitzt, die durch Bewegen des Bauteils relativ zum feststehenden Bauteil auf das in diesem Bauteil befindliche Mittel zur Zufuhr, beispielsweise das polierte Ende eines in ein Vollmaterial eingelassenen Kanals, trifft und so mit diesem abschließt, dass das Vollmaterial einschließlich
10 lich der Kanalöffnung die Einheit zur Aufnahme abdichtet und gleichzeitig einen Zugang zur Einheit etabliert.

In einer bevorzugten Ausführungsform befindet sich (i) in der Einheit zur Aufnahme oder (ii) in einem Mittel zur Zufuhr oder (iii) in einem Reaktionsraum oder
15 in einer beliebigen Kombination von (i) bis (iii) mindestens eines der folgenden Elemente: Restriktor, Membran, Stutzen, Verschleißeinheit.

Weitere Einzelheiten der Erfindung werden in den Zeichnungen anhand der folgenden Figuren beispielhaft näher erläutert. Die teilweise in den Figuren angegebenen Details dürfen dabei nicht so verstanden werden, dass dadurch die allgemeine Gültigkeit der vorstehend offenbarten Ausführungsformen in irgendeiner
20 Weise eingeschränkt würde. Insbesondere sind die Figuren zum Teil (schematisch) vereinfacht, mehrere Bauteile werden der Übersichtlichkeit halber oft als ein Bauteil dargestellt, Hilfsmittel wie Heizungen, Thermoelemente, Zuleitungen,
25 Filter, Dichtungen etc. wurden oftmals weggelassen, die Mittel zur Zufuhr sind in den schematischen Ansichten vereinfacht dargestellt etc. Hierbei zeigen die Figuren im Einzelnen:

Fig. 1 schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit
30 Rotations-Single-Bead-Reaktor;

Fig. 2 (a) bis (g): Prinzipskizzen zur Verdeutlichung der Geometrie des Reaktionsraumes um einen Baustein in der erfindungsgemäßen Vorrichtung;

5

Fig. 3 Prinzipskizze des Reaktionsraumes mit Mitteln zur Zufuhr und Mitteln zur fluidischen Abdichtung

Fig. 4 schematische Darstellung einer Teilvorrichtung zur Auswahl eines Bausteins aus einer Menge von mindestens zwei Bausteinen;

10

Fig. 5 (a): Gesamtansicht einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit senkrecht stehendem rotierbarem Körper (nicht feststehendes Bauteil) sowie dem damit verbundenen feststehenden Bauteil (Seitenansicht); (b): weitere Ausführungsform;

15

Fig. 6 Detailansicht (Schnitt) der Ausführungsform aus Figur 5;

Fig. 7 Detailansicht [7 (a): radialer Teilschnitt, 7 (b), (c): Schnitt] des nicht feststehenden Bauteils aus Figur 5 (hier eine rotierende, senkrecht stehende Scheibe mit Vertiefungen als Einheiten zur Aufnahme);

20

Fig. 8 (a) Gesamtansicht einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit horizontal liegendem rotierbarem Körper (nicht feststehendes Bauteil) sowie dem damit verbundenen feststehenden Bauteil (Seitenansicht);

25

(b) Detail der Einheit zur Aufnahme eines Bausteins (vertikale Überströmung des Bausteins);

Fig. 9 weitere Gesamtansicht einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit horizontal liegendem rotierbarem Körper (nicht festste-

30

hendes Bauteil) sowie dem damit verbundenen feststehenden Bauteil
(Seitenansicht)

- 5 Fig. 10(a) Gesamtansicht einer weiteren Ausführungsform der erfindungsgemä-
ßen Vorrichtung mit horizontal liegendem rotierbarem Körper (nicht fest-
stehendes Bauteil) sowie dem damit verbundenen feststehenden Bauteil
(Seitenansicht) mit modifizierten Einheiten zur Aufnahme der Bausteine
sowie Mitteln zur Zufuhr (Seitenansicht);
10 (b) dreidimensionale Darstellung der Ausführungsform von Figur 10 a mit
zusätzlicher Schnittdarstellung;
(c) dreidimensionale Darstellung der Ausführungsform von Figur 10 a in
Explosionsdarstellung.

- 15 Fig. 11 Detailansicht (Draufsicht) des oberen, feststehenden Bauteils aus Figur 10
(hier: horizontal liegende Scheibe mit Mitteln zur Zufuhr sowie für Befes-
tigungsmittel und für Mittel zur Kontrolle von Parametern P wie Thermo-
elemente oder Heizkerze);

- 20 Fig. 12 Detailansicht eines Teils des nicht-feststehenden Bauteils aus Figur 10:
(a) Draufsicht der horizontal überströmten Einheit zur Aufnahme
eines Bausteins mit Mitteln zur Zufuhr;
(b) beispielhafte Anordnung von acht Einheiten zur Aufnahme von
Bausteinen auf einem rotierbaren Körper (Draufsicht);
(c) Detailansicht (Draufsicht) einer weiteren Ausführungsform eines hori-
25 zontal liegenden rotierbaren Körpers mit Mitteln zur Zufuhr und einer spe-
ziellen Ausführungsform der Einheit zur Aufnahme (Stutzen)
(d) Detailansicht der in Figur 12c dargestellten speziellen Ausführungs-
form der Einheit zur Aufnahme (Stutzen) und Mitteln zur Zufuhr

- 30 Fig.13 schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Vorrichtung, in
welcher das nicht feststehende Bauteil eine linear verschiebbare Schiene
ist (Seitenansicht);

Fig.14 (a) bis (h): schematische Darstellung möglicher Ausführungsformen der Bausteine;

5 Fig.15 (a) schematische Darstellung der Anordnung eines befüllten Behälters als Baustein in einem Reaktionsraum;

(b) schematische Darstellung der Zufuhr von befüllten Behältern als Bausteine in eine Einheit zur Aufnahme;

10 (c) schematische Darstellung einer weiteren Ausführungsform für die Aufnahme eines Behälters als Baustein in einem Reaktionsraum (hier zusammengesetzt aus Einheit zur Aufnahme des nicht feststehenden Bauteils sowie Mittel zur Zufuhr des feststehenden Bauteils);

15 Fig. 16 schematische Darstellung einer als verschiebbare Schiene angeordneten erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Herstellung und/oder Konditionierung von Bausteinen (Seitenansicht);

20 Fig. 17 schematische Darstellung einer als verschiebbare Schiene angeordneten besonderen Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Testung von flüssigen Ansätzen.

25 **Figur 1** zeigt schematisch eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung in der „Rotations-Single-Bead-Reaktor“-Konfiguration (32), bestehend aus den Bauteilen 30 und 31. Dabei werden die Bausteine 36 einer Materialbibliothek in einem Mittel zur Bevorratung 42 aufbewahrt und bereits in diesem Mittel zur Bevorratung 42 definiert, beispielsweise von unten nach oben, mit einem Fluidgemisch (definierte Zusammensetzung von Feed 1, Feed 2 und Feed 3) überströmt, d.h. konditioniert. Das Mittel zur Bevorratung 42 wird dabei ebenso wie die Fluidzuleitung definiert temperiert. Der erfindungsgemäße Hochdurchsatz-Test findet in einem Rotations-Single-Bead-Reaktor 32 statt, der sich unter 30 dem Mittel zur Bevorratung 42 befindet.

Ein kreisförmiger rotierbarer Körper ist als nicht feststehendes Bauteil 30 der Vorrichtung im Sinne der Erfindung realisiert; und zwar hier als Scheibe. Das nicht feststehende Bauteil 30 ist über ein Lager (hier nicht gezeigt) mit dem feststehenden Bauteil 31 verbunden. Durch Rotieren des nicht feststehenden Bauteils 30 des
5 Reaktors 32 gelangt bei jeder Taktung genau ein Baustein 36 in die dafür vorgesehene Einheit zur Aufnahme (Position A) des rotierbaren Körpers (die Einheit zur Aufnahme ist in dieser Figur nicht gezeigt, siehe aber Figuren 2 und folgende). Die genaue Ausgestaltung des rotierbaren Körpers sowie der Einheiten zur Aufnahme wird anhand der folgenden Figuren näher erläutert.

10

Durch getaktetes Drehen des rotierbaren Körpers 30 durch ein Mittel zum Antrieb 26 (hier ein Motor M) gelangen die Bausteine 36 nacheinander in Positionen, in denen eine weitere Konditionierungsoperation durchgeführt werden kann, diesmal mit einem Fluidgemisch, welches sich aus Feed 4, Feed 5 und Feed 6 zusammen-
15 setzt. In einer weiteren Position E des rotierbaren Körpers 30 (in der Zeichnung unten am rotierbaren Körper angedeutet) wird danach die Testung durchgeführt, wobei der zu testende Baustein 36 mit dem gleichen Fluidgemisch wie in der vorangegangenen Konditionierung überströmt wird. Das vom Baustein 36 abströmende Fluid an der Testposition wird vollständig oder zu einem Teil zu einem
20 Mittel zur Analyse 81 geleitet, welches eine Analyse auf Performance-Eigenschaften, beispielsweise die Ermittlung der katalytischen Aktivität und/oder der katalytischen Selektivität, vornimmt.

Zum Einstellen eines geeigneten Parametersatzes P für die Testung kann der Re-
25 aktor 32 beispielsweise über Mittel zum Einstellen des Parametersatzes 27, hier einer Heizung, temperiert werden. Des weiteren ist die Einstellung eines gewünschten Druckes möglich (in Figur 1 nicht dargestellt). Die durch das Mittel zur Analyse 81 ermittelten Messwerte für einen Baustein werden elektronisch an ein Mittel zur Steuerung und/oder Regelung weitergeleitet, typischerweise einen
30 Computer (in Figur 1 ebenfalls nicht dargestellt). In besagtem Mittel wird mittels geeigneter Computerprogrammmittel bevorzugt eine Bewertung der Messwerte

im Vergleich zu einem oder mehreren Schwellenwerten durchgeführt. Als Folge ergibt sich typischerweise, welcher der drei Klassen C 1, C 2 oder C 3 der Baustein 36 zugeordnet werden soll.

5 Die oben genannte Klassifizierung wird bevorzugt pneumatisch mittels der Fluide 1, 2 und 3 umgesetzt. Handelt es sich beispielsweise um einen Baustein 36, welcher der Klasse 3 zugeordnet werden soll, so wird mittels der Schaltung eines Magnetventils 83 ein Druckstoß mit Fluid 3 (Druckimpuls) auf die entsprechende Einheit zur Aufnahme des rotierbaren Körpers ausgeübt, sobald sich der Baustein
10 36 entsprechend der getakteten Verdrehung des rotierbaren Körpers 30 an der entsprechenden Position befindet. Dieser Vorgang wird vorzugsweise elektronisch gesteuert/geregelt durchgeführt. Analog erfolgt die Zuordnung eines Bausteins 36 zur Klasse 2, wobei der pneumatische Druckstoß mit Fluid 2, wiederum geschaltet durch ein Magnetventil 83, ausgelöst wird. Alle noch verbliebenen Bausteine 36
15 werden dann durch Fluid 1 ausgetragen und der Klasse 1 zugeordnet. Die Zuführungen der Fluide zur Klassifizierung können ebenfalls temperiert werden, um eine ungewollte thermische Beeinflussung des Reaktors 32 durch die Fluide zu vermeiden. Der Abstrom der nicht benötigten Fluide erfolgt geregelt über den Abstrom 28.

20

Figur 2 zeigt schematisch, wie sich ein Baustein 36 in einer Einheit zur Aufnahme 20 anordnet, wobei die Einheit zur Aufnahme in diesem Fall Bestandteil des nicht feststehenden Bauteils 30 ist. Der Reaktionsraum wird dabei im Zusammenspiel mit einem Teil des feststehenden Bauteils 31 gebildet.

25

Figur 2 a zeigt eine einfache Einheit zur Aufnahme eines Bausteines, in welcher sich ein Baustein 36 befindet. Die Einheit zur Aufnahme 20 wird gebildet aus einer Kavität, welche sich im nicht feststehenden Bauteil 30 befindet und beispielsweise eine zylindrische oder quaderförmige Geometrie haben kann. Zusätzlich ist die Einheit zur Aufnahme mit je einem Mittel zur Zufuhr 25 im feststehenden
30 und einem Mittel zur Zufuhr 25' im nicht feststehenden Bauteil verbunden.

Dabei sind die Bauteile so gestaltet, dass die Kavität im nicht feststehenden Bauteil durch das fest stehende Bauteil verschlossen wird, wobei jedoch der Zugang zur Kavität durch das Mittel zur Zufuhr (bzw. die Mittel zur Zufuhr) erhalten bleibt. Insgesamt ergibt sich aus dieser Einheit ein Reaktionsraum. Der zu behandelnde Baustein ist damit in dieser Position in der Kavität eingeschlossen, kann
5 aber durch die dargestellten Mittel zur Zufuhr 25 und/oder 25' beispielsweise mit Fluiden überströmt werden.

Figur 2 b zeigt beispielhaft die sich bildende Geometrie des Reaktionsraumes, die
10 sich ergibt, wenn das nicht feststehende Bauteil 30 bewegt und der Baustein 36 damit zu einer anderen Position transportiert wird. An dieser neuen Position ist im Unterschied zu Fig. 2 a die lokale Geometrie des Reaktionsraumes anders gestaltet. Das feststehende Bauteil 31 verfügt hier ebenso wie das nicht feststehende Bauteil mit seiner Einheit zur Aufnahme über eine Kavität, so dass sich ein größerer Reaktionsraum als in Fig. 2 a bildet. Damit wird beispielsweise eine homogene-
15 re, reaktionstechnisch günstigere Überströmung des Bausteines 36 erzielt. Die Form der den Baustein umgebenden geschlossenen Geometrie hat sich damit durch die angesprochene Bewegung des nicht feststehenden Bauteils verändert, um eine andere Behandlung des Bausteines zu ermöglichen. Zusätzlich ist es
20 möglich, dass die nähere Umgebung des Bausteins bzw. der Kavität über Mittel zur Regelung und Messung von Parametern verfügt, also beispielsweise über Mittel zur Temperierung und entsprechende Mittel zur Temperaturmessung, beispielsweise ein in den Reaktionsraum hineinragendes Thermoelement 27.

25 Die sich bildende Geometrie des Reaktionsraumes um den Baustein nach einer weiteren Bewegung des nicht feststehenden Bauteils ist in Figur 2 c dargestellt. Hier verfügt das feststehende Bauteil 31 nun über ein im Querschnitt deutlich vergrößertes Mittel zur Zufuhr 25, welches es erlaubt, den in der Kavität des nicht feststehenden Bauteils befindlichen Baustein gegebenenfalls aus dieser Kavität
30 auszutragen oder gegebenenfalls auch einzutragen.

In Fig. 2 d ist beispielhaft eine Ausführungsform dargestellt, bei der sich der Baustein 36 in einer zum feststehenden Bauteil hin geschlossenen Kavität befindet. Diese Situation könnte beispielsweise während des Zeitintervalles auftreten, während dessen der Baustein in seiner Einheit zur Aufnahme 20 im nicht feststehenden Bauteil 30 relativ zum feststehenden Bauteil 31 bewegt wird.

In Fig. 2 e ist beispielhaft eine Ausführungsform dargestellt, in welcher die Mittel zur Zufuhr im feststehenden Teil als Porenmembran 25" mit geraden, durchgehenden Poren ausgeprägt sind. Diese Membran wirkt dabei beispielsweise als Drossel zur Regulierung der Fluidströmung durch die Poren der Membran. Zudem kann mit Hilfe der Membran ein ungewollter Eintrag von Feststoff-Partikeln in die Kavität vermieden werden.

In Fig. 2 f ist schließlich beispielhaft eine Ausführungsform dargestellt, bei der sich zwischen dem feststehenden und dem nicht feststehenden Bauteil eine Kavität ergibt, die mit zwei Mitteln zur Zufuhr ausgestattet ist, wodurch eine kontinuierliche Überströmung des Bausteines mit beispielsweise Reaktionsgas erreicht wird. Zusätzlich verfügt die Kavität in dieser speziellen Ausführungsform über ein IR-transparentes Fenster, durch welches beispielsweise mittels einer IR-Kamera, d.h. einem Mittel zur Analyse 81, die Reaktion des Bausteines auf die Exposition mit Reaktionsgasen online verfolgt werden kann.

In Fig. 2 g ist schließlich eine vereinfachte Geometrie des nicht feststehenden und des feststehenden Bauteiles zur Realisierung der in Fig. 2 a-2 f beschriebenen Geometrien dargestellt, ohne dass diese Anordnung tatsächlich in dieser Form und Anordnung realisiert werden müsste. Die Darstellung dient lediglich zur Illustration des Begriffes "veränderliche Geometrie" wie er im Rahmen der vorliegenden Erfindung verwendet wird.

Aus den Beispielen wie sie in den Fig. 2 a-2 f illustriert sind, wird deutlich, dass sich durch eine relative Bewegung zwischen dem nicht feststehenden und dem feststehenden Bauteil der erfindungsgemäßen Vorrichtung entsprechend angepasste Geometrien und damit Funktionsweisen der lokalen Ausbildung des Raumes um einen Baustein realisieren lassen.

Figur 3 zeigt einen zwischen feststehendem Bauteil 31 und nicht feststehendem Bauteil 30 ausgeprägten Reaktionsraum, der in einer speziellen Ausführungsform vorliegt. Der Baustein 36 liegt dabei punktförmig auf einem beispielsweise pyramidal ausgeführtem Stutzen der Einheit zur Aufnahme 20 auf, so dass eine Abströmung des Fluids von oben nach unten nicht durch eine Verstopfung des Mittels zur Zufuhr durch den Baustein behindert werden kann. Zudem wird der Baustein dadurch zentrisch im Reaktionsraum fixiert und eine allseitig gleichmäßige Umströmung erreicht.

Weiterhin verfügt das feststehende Bauteil im Bereich des Mittels zur Zufuhr 25 über eine Einengung des Zufuhrkanals 25 "(Restriktion). Diese Einengung des Strömungsquerschnittes auf einer bestimmten Strömungslänge führt bei Durchströmung des Kanals mit Fluiden zu einem Druckverlust, der deutlich größer als der Druckverlust auf dem sonstigen Strömungsweg ist. Durch diesen gezielt eingestellten Druckverlust kann eine Gleichverteilung zwischen verschiedenen Reaktionsräumen bei der simultanen Anströmung erzielt werden. Diese Einengung des Zufuhrkanals befindet sich vorzugsweise stromaufwärts des Bausteines, d.h. das Mittel zur Zufuhr welches als Zuleitung fungiert ist in dieser Konfiguration die 25'. Zu den Strömungsverhältnissen ist darüber hinaus anzumerken, dass die Vorrichtung vorzugsweise so gestaltet und betrieben wird, dass der Druckverlust bei einer potentiellen Durchströmung des Spaltes zwischen dem feststehenden und dem nicht feststehenden Bauteil so hoch ist, dass der Großteil des Fluids den Weg durch die erfindungsgemäßen Mittel zur Zufuhr findet.

Des weiteren befindet sich zwischen feststehendem und nicht feststehendem Bauteil ein Mittel zur fluidischen Abdichtung 29, in diesem Fall ein O-Ring. Dies

hat zum Ziel, eine Querströmung von Fluiden im eventuell auftretenden Spalt zwischen feststehendem und nicht feststehendem Bauteil zu vermeiden oder stark zu reduzieren. Dem Fachmann ist klar, dass dabei Dichtmittel zum Einsatz kommen, die entsprechend thermisch und mechanisch stabil sowie weitestgehend abriebfest sind. Zur Einlage der Dichtmittel sind in feststehendes und nicht feststehendes Bauteil unter Umständen Kavitäten oder Kanäle eingebracht, die beispielsweise radial um eine zu dichtende Stelle oder auch konzentrisch etc. verlaufen.

10 **Figur 4** zeigt eine Ausführungsform für ein Mittel zur Auswahl von mindestens einem Baustein aus einer Menge von mindestens zwei Bausteinen. Die Bausteine, aus denen ausgewählt werden soll, befinden sich im Mittel zur Bevorratung 42, hier einer konisch zulaufenden Vorlage. Dieses Mittel zur Bevorratung verfügt über einen Ablauf (hier nicht gezeigt), über welchen Bausteine in ein geeignetes
15 Mittel zur Aufnahme fallen können. In der in Figur 4 gezeigten Position der beweglichen Schiene 30 ist der Ablauf aus dem Mittel zur Bevorratung von der Schiene versperrt und ein Austreten von Bausteinen aus dem Mittel zur Bevorratung unmöglich gemacht. Durch ein Mittel zum Antrieb 26 kann die Schiene entlang einer Achse so bewegt werden, dass die Einheit zur Aufnahme 20, die sich
20 auf der Schiene 30 befindet, mit dem Auslauf des Mittels zur Bevorratung ausgerichtet ist, so dass ein Baustein, bzw. je nach Größe der Einheit zur Aufnahme 20 auch mehrere Bausteine, in die Einheit zur Aufnahme fällt bzw. fallen. Das Mittel zum Antrieb kann ein Motor sein, der die Schiene vor- und zurückbewegt, oder aber beispielsweise ein pneumatischer Antrieb, wie es hier der Fall ist.

25

Nach der Aufnahme des Bausteins (bzw. der Bausteine) wird die Schiene 30 über das Mittel zum Antrieb 26 in eine Position gefahren, in welcher die Einheit zur Aufnahme 20 mit einem Mittel zur Zufuhr 25, hier einer Kapillare, die mindestens so groß ist, dass sie einen Baustein aufnehmen kann, ausgerichtet ist, sowie mit
30 einem weiteren Mittel zur Zufuhr 25', welches der Zufuhr von Druckluft dient. Diese Konfiguration ist in der Figur 4 gezeigt. Durch Anlegen einer Druckdiffe-

renz (hier: Anlegen eines Druckstoßes) über die Zufuhr 25' kann nun der Baustein aus der Einheit zur Aufnahme 20 in die Kapillare 25 überführt und über diese Kapillare in die Einheit zur Aufnahme der eigentlichen Vorrichtung zur kontinuierlichen Testung eingebracht werden. Mit Hilfe eines Sensors in oder an der Kapillare, beispielsweise einer Lichtschranke, kann festgestellt werden, ob durch die repetierende Bewegung der Schiene 30 tatsächlich ein Baustein (oder gegebenenfalls mehrere) ausgewählt wurde bzw. wurden.

Figur 5: Figur 5 a zeigt die Gesamtansicht einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit einem senkrecht stehendem rotierbarem Körper 30, der das nicht feststehende Bauteil im Sinne der vorliegenden Erfindung repräsentiert, und im vorliegenden Fall als Scheibe realisiert ist. Diese rotierbare Scheibe 30 ist eingebunden in das feststehende Bauteil 31, welches die rotierbare Scheibe so umschließt, dass die Mittel zur Zufuhr 25 und 25' des feststehenden Bauteils 31 jeweils mit den entsprechenden Mitteln zur Zufuhr bzw. Einheiten zur Aufnahme (hier: Öffnungen) der rotierbaren Scheibe 30 ausgerichtet sind. So dient beispielsweise in der vorliegenden Konfiguration das Mittel zur Zufuhr 25 der Zufuhr von Konditionier- oder Testgas. Das Mittel zur Zufuhr 25 des feststehenden Bauteil ist dabei mit dem Mittel zur Zufuhr 25" der rotierbaren Scheibe ausgerichtet. Beim Mittel zur Zufuhr 25" handelt es sich um einen in der Ebene der Scheibe liegenden Kanal, der mäanderartig ausgeprägt ist (vergleiche hierzu den Schnitt in der Ebene der rotierbaren Scheibe aus Figur 6). Diese Ausprägung des Kanals in Form von Mäandern dient dazu, einen möglichst langen Gasweg zu erzeugen, d.h. einen möglichst definierten Druckverlust zur Fluid-Gleichverteilung zu erzeugen.

Am Ende des Mittels zur Zufuhr 25" der rotierbaren Scheibe 30 befindet sich eine Einheit zur Aufnahme 20, die den Baustein enthält (Baustein hier nicht gezeigt). Dieser Baustein kann beispielsweise in einer vorhergehenden Operation über das in Figur 3 gezeigte Mittel zur Auswahl der Einheit zur Aufnahme zugeführt worden sein. Diese Einheit zur Aufnahme 20, die am Ende des Mittels zu Zufuhr 25"

steht, ist ihrerseits wieder mit dem Mittel zur Zufuhr 25' des feststehenden Bauteils 31 ausgerichtet, so dass das den Baustein umströmende Gas über das Mittel zur Zufuhr 25' abgeführt werden kann. Nach der Operation, die mit der Einheit zur Aufnahme 20 in dieser Position der rotierbaren Scheibe 30 durchgeführt worden ist, kann die rotierbare Scheibe mit dem Baustein in der Einheit zur Aufnahme 20 weiterbewegt werden, beispielsweise so, dass sich die Einheit zur Aufnahme in der benachbarten Position befindet (siehe hierzu auch Figur 6).

Figur 5 b zeigt eine weiter abgewandelte Ausführungsform, nach welcher ein Kanal als Mittel zur Bevorratung 42 ausgebildet ist, der die Bausteine 36 speichert. Diese Bausteine fallen entlang der Vorzugsrichtung der Gravitation, evtl. unterstützt durch Anlegen einer Druckdifferenz verbunden mit einer Fluidströmung, in die Einheit zur Aufnahme der rotierbaren Scheibe (siehe Figur 5 a).

Figur 6 zeigt eine Detailansicht (Schnitt entlang der Mittelachse der rotierbaren Scheibe) der Ausführungsform aus Figur 5. Dabei verfügt das feststehende Bauteil 31 über eine Pluralität von Mitteln zur Zufuhr 25, wobei ein Mittel zur Zufuhr, wie in Figur 5 b gezeigt, als Mittel zur Bevorratung fungiert. Die genaue Zahl an Mitteln zur Zufuhr hängt u.a. von der Zahl an Einheiten zur Aufnahme und/oder Mitteln zur Zufuhr an, wie sie im nicht feststehenden Bauteil 30 vorliegen. Die Aussparung für das nicht feststehende Bauteil enthält die rotierbare Scheibe 30. Die Mittel zur Zufuhr 25 des feststehenden Bauteils 31 sind so angeordnet, dass sie mit den entsprechenden Mitteln zur Zufuhr und/oder Einheiten zur Aufnahme 25" bzw. 20 des nicht feststehenden Bauteils 30 ausgerichtet werden können (beispielsweise durch Rotieren). Die Bohrung 24 soll die Position eines Mittels zur Befestigung andeuten, hier einer Schraube, die beispielsweise zwei Komponenten des feststehenden Bauteils bzw. des nicht feststehenden Bauteils jeweils miteinander verbindet (beispielsweise das nicht feststehende Bauteil und ein Mittel zum Antrieb), bevorzugt im Zusammenwirken mit weiteren Schrauben und/oder weiteren Mitteln zur Befestigung.

Der Betrieb der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann anhand der Figur 6 beispielhaft erläutert werden. In einem typischen Experiment werden die Bauteile 30 und 31 sowie die entsprechenden Fluidzuführungen und Fluide auf die entsprechend gewünschten Parameter, beispielsweise Temperatur, eingestellt (durch Mittel zur Einstellung von Parametern, im Bild nicht dargestellt). Durch Rotation des Bauteils 30 wird an Position A ein Baustein in die entsprechende Einheit zur Aufnahme 20 aufgenommen und zu Position B transportiert. Das nicht feststehende Bauteil 30 wird dabei mit einer konstanten Taktzeit von beispielsweise 20 s kontinuierlich weiterbewegt, so dass der Baustein die Positionen B bis F durchläuft, wobei diese Positionen durch entsprechend eingekoppelte Mittel zur Zufuhr aus dem feststehenden Bauteil 31 über die mäanderförmigen Kanäle 25" mit Inertgas, beispielsweise N_2 , überströmt werden.

Mit Ablauf des nächsten Taktes gelangt der Baustein zu Position G, wo er nun auf analoge Weise mit Reaktivgas überströmt wird. Das vom Baustein abströmende Gas wird über das Mittel zur Zufuhr 25' zum Analysengerät (nicht dargestellt) geleitet und dort eine Analyse der Reaktionsprodukte mit hoher Zeitauflösung durchgeführt. Innerhalb der 20 s Taktzeit werden dabei die Produkte analysiert und beispielsweise entsprechende Deaktivierungsvorgänge untersucht, wie sie beispielsweise bei ausgewählten petrochemischen Prozessen innerhalb sehr kurzer Zeiträume auftreten. Entsprechend der ermittelten Performance-Eigenschaften des Bausteins wird er an den folgenden Positionen H bis J drei verschiedenen Leistungsklassen zugeordnet. Dabei ist klar, dass sich in jeder der Einheiten zur Aufnahme an den Positionen A bis G zu jeder Zeit jeweils ein Baustein befindet, d. h. zu jedem Takt an Position A ein neuer Baustein aufgenommen wird.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung gemäß Figur 6 kann auch bei einer nicht konstanten Taktzeit eingesetzt werden. Beispielsweise wäre es denkbar, wenn die Positionen B bis D innerhalb dreier kurzer Takte, beispielsweise jeweils 1 s, mit

drei verschiedenen Bausteinen ausgehend von Position A gefüllt werden. Danach folgt ein längerer Takt von beispielsweise 30 s, in denen die Bausteine mit Reaktivgas überströmt werden und einen konstanten Betriebspunkt erreichen. Anschließend folgen wiederum drei kurze 1-s-Takte, um die Bausteine an die Positionen E bis G zu transportieren. An diesen Positionen werden die Bausteine bei einer Taktzeit von 30 s weiterhin mit Reaktivgas überströmt und alle drei abströmenden Gasmischungen getrennt zu einem Analysengerät zur parallelen Analyse oder auch drei getrennten Analysengeräten geführt. So werden die Performance-Eigenschaften aller drei Bausteine parallel analysiert. Danach folgen wiederum drei kurze Takte, um die Bausteine den verschiedenen Klassen, wie oben beschrieben, zuzuordnen.

Figur 7 zeigt eine Detailansicht des nicht feststehenden Bauteils 30 aus Figur 5. Dabei ist Figur 7 a ein Schnitt durch die Scheibe (Seitenansicht) und Figur 7 b die korrespondierende Draufsicht in Richtung A, während Figur 7 c die Draufsicht in Richtung von B repräsentiert. Insgesamt ist das nicht feststehende Bauteil 30, wie bereits bezüglich Figur 5 erwähnt, als rotierbare Scheibe realisiert. Diese Scheibe verfügt auf ihrer radialen Außenfläche über Einheiten zur Aufnahme 20, die mit einem Mittel zur Zufuhr 25 verbunden sind und einen Baustein 36 aufnehmen können. Bei diesem Mittel zur Zufuhr handelt es sich, wie gleichfalls bereits bei Figur 5 diskutiert, um mäanderförmige Kanäle, deren Lage innerhalb der Scheibe in der vorliegenden Figur gut zu erkennen ist. Für die feinmechanische oder mikromechanische Herstellung der Kanäle ist es vorteilhaft, die rotierbare Scheibe 30 aus zwei Halbteilen zu fertigen, wobei die Kanäle in jede Scheibe halbtief eingebracht werden und anschließend die beiden Halbteile verbunden, beispielsweise gebondet, werden, so dass aus den offenen Kanälen ein geschlossener Kanal wird.

Die besagten Kanäle führen zu einem weiteren Mittel zur Zufuhr 25, welche beispielsweise in der Figur 7c zu sehen sind und dort aus der Zeichenebene heraus führen. Diese Mittel zur Zufuhr werden mit dem entsprechenden Mittel zur Zufuhr des feststehenden Bauteils ausgerichtet, unter Umständen über weitere ver-

bindende Teile, wie beispielsweise in Figur 5 gezeigt. Schließlich ist in Figur 7 noch die Anwesenheit von Mitteln zur Befestigung 24 gezeigt, um die Möglichkeit der Verbindung dieses rotierbaren Bauteils an ein Mittel zum Antrieb, beispielsweise einen Motor mit einer Welle, anzudeuten.

5

Figur 8: Figur 8 a zeigt die Gesamtansicht (Seitenansicht) einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit einem horizontal liegendem rotierbarem Körper (Scheibe), wobei dieser Körper ein nicht feststehendes Bauteil 30 im Sinne der vorliegenden Erfindung ist. Dabei rotieren sowohl die Scheibe als auch die damit verbundene Welle. Die Welle ist über ein Mittel zur Befestigung 24', hier ein Kugellager, mit dem feststehenden Bauteil 31 verbunden. Wie aus der Abbildung ersichtlich ist, besteht das feststehende Bauteil 31 selbst wieder aus mehreren miteinander verbundenen Komponenten, insbesondere der Deckplatte mit den Mitteln zur Zufuhr 25 und 25'. An dieser Deckplatte befindet sich ein weiteres Mittel zur Befestigung 24, in diesem Fall eine Anpressfeder, die bewirkt, dass feststehendes und nicht feststehendes Bauteil dicht und reproduzierbar, aber doch mechanisch beweglich, miteinander verbunden sind.

Weiterhin befindet sich in der Deckplatte des feststehenden Bauteils noch ein Mittel zur Bevorratung 42, welches zur Zufuhr von Bausteinen dienen kann, wenn die nicht feststehende Scheibe 30 in die entsprechende Position gedreht wird, so dass Einheit zur Aufnahme 20, siehe Figur 8b, und Mittel zur Bevorratung 42 mit Mittel zur Zufuhr 25 so aufgereiht sind, dass der Baustein in die Einheit zur Aufnahme 20 fallen kann. Der Vorteil der hier beschriebenen Ausführungsform mit liegendem rotierbarem Körper besteht darin, dass die Vorzugsrichtung der Gravitation für viele Operationen, so wie hier das Befüllen, ausgenutzt werden kann. Die Deckplatte ist mit dem Unterteil des feststehenden Bauteil über Zentrierstifte als Mittel zur Befestigung 24 verbunden. Als weitere Vorteile gegenüber stehend angeordneten rotierbaren Scheiben sind noch die bessere Zugänglichkeit der einzelnen Komponenten zu nennen, sowie eine einfachere fluidische Abdichtung.

Das nicht feststehende Bauteil, d.h. die rotierbare Scheibe, besteht gleichfalls aus zwei Komponenten, und zwar der rotierbaren Scheibe 30 selbst sowie einem darin (oder darauf) befindlichen ringförmigen Einsatz 30' (Figur 8b). Der Vorteil eines solchen Einsatzes besteht insbesondere darin, dass bei Kontamination und/oder Funktionsminderung einer Einheit zur Aufnahme 20 oder eines Mittels zur Zufuhr 25" nicht die gesamte rotierbare Scheibe 30 ausgetauscht werden muss, sondern nur der Einsatz 30'. Es ist auch denkbar, den ringförmigen Einsatz zu segmentieren, also einzelne Plättchen in die rotierbare Scheibe einzusetzen. Ein solcher Austausch von segmentierten Einsätzen könnte insbesondere auch durchgeführt werden, während die kontinuierliche Testung unter Verwendung der anderen Einsätze weiterläuft.

Figur 8 b zeigt im Detail den ringförmigen Einsatz 30' des rotierbaren Körpers 30 mit der Einheit zur Aufnahme eines Bausteins 20, einem Baustein 36, einem gewinkelt angeordneten Mittel zur Zufuhr 25", welches allerdings so an die Einheit zur Aufnahme 20 angebunden ist, dass insgesamt eine vertikale Überströmung des Bausteins 36 gegeben ist. Das Mittel zur Befestigung 24 dient zur Fixierung des Einsatzes 30' im rotierbaren Körper 30 und ist im vorliegenden Fall als Zentrierstift ausgeführt. In vorliegenden Fall sind beispielsweise insgesamt 8 Einheiten zur Aufnahme 20 auf dem ringförmigen Einsatz 30' angeordnet.

Figur 9 zeigt eine leicht veränderte Ausführungsform der in Figur 8 a dargestellten erfindungsgemäßen Vorrichtung. Diese Ausführungsform ist so gestaltet, dass sie im Vergleich deutlich größere Bausteine 36 aufnehmen und verarbeiten kann. Dementsprechend sind auch die verschiedenen Mittel zur Zuführung sowie die Einheiten zur Aufnahme deutlich größer gestaltet. Zudem wurde im Unterschied zu Figur 8a darauf verzichtet, die Einheiten zur Aufnahme in einen separaten ringförmigen Einsatz einzubringen.

Figur 10: Figur 10 a zeigt eine abgewandelte Ausführungsform der bereits in Figur 8 gezeigten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit einem horizontal liegendem rotierbarem Körper (Scheibe), wobei diese Scheibe wieder-

um das nicht feststehende Bauteil 30 im Sinne der vorliegenden Erfindung ist. Im Unterschied zur Ausführungsform aus Figur 8 liegt die Einheit zur Aufnahme in diesem Fall mittig zwischen zwei Mitteln zur Zufuhr (25 und 25'; dienen der Zufuhr von Fluiden, wobei sich in der horizontalen Ebene das Mittel zur Zufuhr 25" befindet) und wird horizontal durchströmt. Zu dieser mittigen Position, in welcher
5 sich der Baustein befinden soll, erlaubt das Mittel zur Zufuhr 25 '" Zugang, d.h. über das Mittel 25'" werden die Bausteine eingefüllt.

Auch bezüglich des feststehenden Bauteils 31 ergeben sich einige Modifikationen. Insbesondere sind die Mittel zur Zufuhr 25, 25' und 25'" teilweise gewinkelt angeordnet. Weiterhin werden hier Mittel zum Einstellen des Parametersatzes P, 27 und 27', gezeigt. Bei den Mitteln 27 handelt es sich um Thermoelemente, welche es erlauben, die Temperatur an wichtigen Positionen, beispielsweise in der Nähe der Bausteine, zu messen. Die Mittel 27' betreffen Heizkerzen, die in die Vorrichtung eingebracht werden können und im Zusammenspiel mit den Thermoelementen und einem Mittel zum Aufnehmen und Auswerten von Daten eine umfängliche Steuerung und Regelung der Temperatur in der Vorrichtung erlauben.
10
15

Weiterhin sind noch die Mittel zur Befestigung zu nennen, hier insbesondere die Verschraubung 24, das Lager 24' sowie die Anpressfeder 24". Schließlich ist noch ein Mittel zur Kraftübertragung 23 gezeigt, in diesem Fall ein Zahnkranz, der über einen Motor (hier nicht gezeigt) den rotierbaren Antrieb vermittelt.
20

Figur 10 b zeigt eine vereinfachte Darstellung der erfindungsgemäßen Vorrichtung von Figur 10 a in dreidimensionaler Zusammenbau- und Schnittdarstellung.
25

Figur 10 c zeigt eine dreidimensionale Explosionsdarstellung der verschiedenen Bestandteile der erfindungsgemäßen Vorrichtung entsprechend Figur 10 a, aus der das Zusammenwirken von nicht feststehendem Bauteil und feststehendem Bauteil

der Vorrichtung deutlich wird. Das nicht feststehende Bauteil 30 ist dabei über Mittel zur Befestigung 24 mit dem ringförmigen Einsatz 30' verbunden, in welchem sich eine Pluralität von Einheiten zur Aufnahme 20 befindet. Angedeutet sind zudem die Mittel zum Einstellen von Parametern, in diesem Falle von Mitteln zur Heizung 27 sowie von Mitteln zur Temperaturmessung 27'.

Figur 11 zeigt eine Detailansicht (Draufsicht) des oberen, feststehenden Bauteils 31 aus Figur 10a. Hierbei handelt es sich um die horizontal liegende Deckplatte mit Mitteln zur Zufuhr (25, 25' und 25'' wie bei Figur 10 beschrieben) sowie mit Befestigungsmitteln 24 (Verschraubungen) und Mitteln zum Einstellen von Parametern 27 (hier: Thermoelement).

Figur 12 zeigt eine Detailansicht eines Teils des nicht-feststehenden Bauteils 30 aus Figur 10: Figur 12 a ist dabei eine Draufsicht der horizontal überströmten Einheit zur Aufnahme 20 eines Bausteins 36 mit Mitteln zur Zufuhr 25'' und Figur 12 b eine beispielhafte Darstellung einer Anordnung von acht Einheiten zur Aufnahme 20 von Bausteinen auf einem nicht feststehenden Bauteil 30 (hier einem rotierbaren Körper) in der Draufsicht. Zur Fixierung dieses Körpers dienen die Mittel zur Befestigung 24, hier als Zentrierstifte ausgeprägt.

Im Sinne der vorliegenden Erfindung kann eine beliebige Anzahl solcher Einheiten zur Aufnahme in die rotierbare Scheibe eingebracht sein, beispielsweise 16, 64, 256 oder mehr. Zudem ist es erfindungsgemäß möglich, dass derartige Einheiten zur Aufnahme inklusive der entsprechenden Zuführungen auch parallel, d. h. auf verschiedenen Radien, angeordnet sind und dadurch eine weitere Durchsatzserhöhung durch Parallelisierung möglich wird.

Die Figuren 12 c und 12 d zeigen eine weitere Ausführungsform eines nicht feststehenden Bauteils der erfindungsgemäßen Vorrichtung, beispielsweise wie in Figur 10 a gezeigt. Das Mittel zur Zufuhr 25'' ist dabei als mäanderförmiger Kanal ausgeführt, um bei der Durchströmung mit Fluiden einen definierten Druckverlust

zu erzeugen. Dieser Kanal kann erfindungsgemäß auch innenliegend sein, nämlich beispielsweise dann, wenn das Bauteil aus verschiedenen Halbteilen aufgebaut ist. Der Reaktionsraum bestehend aus Einheit zur Aufnahme des Bausteins sowie dem Mittel zur Zufuhr ist auf der Zu- und der Abführseite mit einem sich stetig auf-
5 weitenden Kanal versehen, um eine gute Umströmung des Bauteils zu erreichen. Der Baustein selbst befindet sich in der Mitte des Reaktionsraumes, wobei er durch entsprechende pyramidale oder zylindrische oder anderweitig geformte Vertiefungen innerhalb des Reaktionsraumes an dieser Position fixiert wird. Im Gegensatz zur anderen Ausführungsform erfolgt allerdings keine Durchströmung
10 in Richtung dieser Vertiefung, sondern eine horizontale Überströmung des Bausteines.

Figur 13 zeigt eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung, in welcher als nicht stationäres Bauteil nicht ein rotierbarer Körper eingesetzt wird,
15 sondern ein linear verschiebbarer Körper, in diesem Fall ist das nicht feststehende Bauteil 30 ein „Kamm“ bzw. ein Schieber. Dieser dient zur Aufnahme von vorzugsweise jeweils einem Baustein 36 pro Einheit zur Aufnahme. Der Baustein wird beispielsweise aus einem Mittel zur Bevorratung 42 entnommen (im Prinzip in ähnlicher Weise wie unter Figur 4 besprochen) und von einer Einheit zur Auf-
20 nahme 20 aufgenommen. Diese Aufnahme kann beispielsweise dadurch unterstützt werden, dass über das Mittel zur Zufuhr 25' im feststehenden Bauteil 31 Vakuum angelegt wird und der Baustein 36 gleichsam in die Einheit zur Aufnahme eingezogen wird.

25 Zur Durchführung weiterer Schritte bzw. Operationen wird der Schieber 30 bevorzugt linear in x-Richtung verfahren. Die Verfahrbarkeit des Schiebers 30 um eine vorzugsweise dem Abstand der Einheiten zur Aufnahme 20 zueinander entsprechenden Länge L, bzw. ein Vielfaches davon, ermöglicht das Positionieren des Bausteins 36 an festgelegten Orten, zur Durchführung von Operationen, wie
30 beispielsweise Testoperationen. So wird beispielsweise ein Baustein oberhalb des Mittels zur Zufuhr 25 mit einem Reaktionsgas-Gemisch umströmt und das aus

dem Reaktionsraum abströmende Produktgas-Gemisch wird zum Mittel zur Analyse 81 geleitet. Dabei ist die Analyse durch Verwenden eines IR-transparenten Fensters gewährleistet. Weiterhin kann in der Position oberhalb des Mittel zur Zufuhr 25" Druckluft in die entsprechend positionierte Einheit zur Aufnahme im Schieber 30 eingeblasen werden. Wenn das über der Einheit zur Aufnahme sitzende Mittel zur Zufuhr, wie hier gezeigt, einen geeigneten Durchmesser hat, so kann der Baustein 36 beispielsweise im Rahmen einer Klassifizierung ausgeblasen werden.

10 Grundsätzlich ist die Befüllung der Einheit zur Aufnahme 20 mit mehreren Bausteinen 36 pro Einheit zur Aufnahme 20 ebenfalls denkbar, ebenso wie die Befüllung aller Einheiten zur Aufnahme 20 des Schiebers 30. Für weitere Details bezüglich der Ausgestaltung eines linear verfahrbaren nicht feststehenden Bauteils wird auf die Anmeldung DE 101 59 189.6 verwiesen, deren hier relevanter Offenbarungsgehalt an dieser Stelle vollumfänglich einbezogen sein soll.

Ein wichtiger Vorteil der Ausbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung in Form einer beweglichen Schiene 30, die relativ zu einem feststehenden Bauteil 31 linear bewegt werden kann, besteht beispielsweise in der einfachen Parallelisierbarkeit und in einer damit noch einmal deutlich höheren Verarbeitungsgeschwindigkeit der Bausteine 36. Derartige Anordnungen können entsprechend der vorliegenden Erfindung in beliebiger Anzahl seriell oder parallel realisiert und betrieben werden, was ebenso generell für die anderen gezeigten Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Vorrichtung zutrifft.

25

Figur 14 zeigt beispielhaft verschiedene Arten und Ausführungsformen von möglichen Bausteinen 36.

Figur 14 a: Hierbei handelt es sich um einen Baustein 36, der in einer definierten geometrischen Form, beispielsweise einer Kugel, vorliegt. Möglich sind selbstverständlich auch andere geometrische Formen, beispielsweise Prismen, Zylinder, Hohlzylinder, Hohlkugeln, Pyramide, Keile, Rotationsparaboloide, Ellipsoide, Kegel oder andere beliebige Rotationskörper. In einer bevorzugten Ausführungsform umfassen die Bausteine ein Trägermaterial, beispielsweise eine poröse oder unporöse Keramik. Ist dieses Trägermaterial porös, können in die Poren des Materials weitere Materialien eingebracht werden, wie dies beispielsweise bei der Synthese typischer Trägerkatalysatoren durch Imprägnierung geschieht. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform handelt es sich bei dem in Figur 14a dargestellten Baustein also um einen in Kugelform vorliegenden typischen Trägerkatalysator.

Figur 14 b: In einer weiteren Ausführungsform ist es möglich, dass der Baustein 36 aus einem Kern 35 und mindestens einer Schale 37 um diesen Kern 35 besteht. In einer bevorzugten Ausführungsform handelt es sich beim Kern 35 um ein inertes Material, welches als Träger für die potentiell aktive Substanz dient. Hergestellt werden solche Bausteine 36 durch Beschichten von Kernen 35, welche als definierte geometrische Form vorliegen. In einer bevorzugten Ausführungsform handelt es sich bei einem solchen Baustein 36 um einen Schalenkatalysator. Der Kern ist in diesem Fall dann vorzugsweise ein inertes keramisches Material, auf welches mittels Beschichtungsverfahren oder eine bestimmte Synthesemethode ein katalytisch aktives Material aufgebracht wurde, beispielsweise ein Mischoxid-Katalysator.

25

Figur 14 c: Bei dieser Ausführungsform besteht der Kern 35 des Bausteines 36 aus einem Material, welches über eine bestimmte, vorzugsweise physikalische Eigenschaft verfügt, in der durchzuführenden Testoperation jedoch inert ist bzw. gegen den Angriff von Fluiden etc. geschützt wird. Dieser Kern 35 kann beispielsweise ein magnetischer Kern sein, so dass ein Transport, die Handhabung oder eine Selektion eines solchen Bausteines 36 durch die definierte Anwendung

30

eines magnetischen Feldes möglich wird. Auf diesem Kern befindet sich dann vorzugsweise erst eine Schicht 39, die den Kern 35 gegen weitere Schichten isoliert. Als äußere Schichten sind dann beispielsweise Ausführungsformen entsprechend Figur 14 b oder auch Figur 14 a möglich.

5

Figur 14 d: Bei dieser Ausführungsform handelt es sich um einen ungetragerten Baustein 36, beispielsweise einen Vollkatalysator, der durch die Anwendung entsprechender Methoden in einer definierten geometrischen Form dargestellt werden kann. In einer weiteren Ausführungsform kann dieser Baustein 36 außerdem über einen hohlen Kern verfügen.

10

Figur 14 e: Zur Testung pulverförmiger Materialien können die Bausteine 36 auch in einer in Figur 14 e dargestellten Form vorliegen. Dabei befindet sich das Pulver 70 in einem Gehäuse 72, wobei das Pulver 70 unten im Gehäuse 72 auf einer Fritte oder Membran 74 aufliegt, die einen Austritt des Pulvers 70 nach unten vermeidet. Durch die Fritte oder Membran 74 kann außerdem erfindungsgemäß ein Fluiddurchtritt erfolgen, womit eine Performance-Eigenschaft des pulverförmigen Materials bei der Durchströmung mit Fluiden unter einem Parametersatz P untersucht werden kann. In dieser Ausführungsform ist das Gehäuse 72 vorzugsweise nach oben offen, um das Pulver einfüllen zu können. Dies bedingt, dass der Baustein 36 während des Tests in einer solchen Lage gehalten werden muss, damit das Pulver nicht undefiniert austreten kann. Bei Verwendung eines solchen Bausteins ist das Verwenden eines Schiebers wie in Figur 13 oder einer horizontal liegenden Scheibe wie in Figur 8 bevorzugt.

15

20

25

In einer weiteren Ausführungsform kann das Gehäuse weitere Fritten bzw. Membranen 74 enthalten (nicht nur am Boden des Gehäuses 72) oder auch komplett aus einem fluidpermeablen Material bestehen.

Figur 14 f: Im Vergleich zu Figur 14 e ist in Figur 14 f ein Baustein 36 dargestellt, dessen Gehäuse 72 nach dem Einfüllen eines Pulvers 70 mit einem wieder-
verschließbaren Deckel 76 verschlossen werden kann. Im Deckel 76 befindet sich
ebenfalls eine fluidpermeable Fritte oder Membran 74, die so gestaltet ist, dass ein
5 Austritt des Pulvers 70 vermieden wird. In einer weiteren Ausführungsform kön-
nen sowohl das Gehäuse 72 als auch der Deckel 76 weitere Fritten bzw. Membran-
en 74 aufweisen oder auch komplett aus einem fluidpermeablen Material beste-
hen.

10 Figur 14 g: zeigt einen Baustein 36, der über mindestens eine, vorzugsweise zwei
fluidpermeable Fritten oder Membranen 74 verfügt, wobei dieser Baustein 36 fest
verschlossen ist, so dass das darin befindliche Pulver 70 nicht austreten kann. Das
Pulver 70 wird deshalb entweder in das noch offene Gehäuse 72 eingebracht und
dieses danach stofflich oder anderweitig fest verschlossen, z. B. durch Bonden,
15 oder das Pulver wird aus der fluiden Phase direkt im Gehäuse 72 synthetisiert. In
einer weiteren Ausführungsform kann das Gehäuse 72 weitere Fritten bzw. Mem-
branen 74 enthalten oder auch komplett aus einem fluidpermeablen Material be-
stehen.

Figur 14 h: Eine spezielle Ausführungsform von dem in Figur 14 g gezeigten
20 Baustein 36 ist in Figur 14 h dargestellt. Hierbei besteht das gesamte Gehäuse 72
aus einer fluidpermeablen Membran. In diesem Gehäuse 72 ist das Pulver 70 ein-
geschlossen. Die Herstellung eines solchen Bausteines 36 erfolgt vorzugsweise so,
dass ein Pulver 70 mit einem matrixbildenden Mittel, z. B. Graphit, zu einem
Formkörper geformt wird und anschließend eine poröse, beständige Membran auf
25 diesen Formkörper synthetisiert wird. In einer anschließenden thermischen Be-
handlung wird der Matrixbildner verbrannt, so dass das Gehäuse 72 und das Pul-
ver 70 zurückbleibt. In einer weiteren Ausführungsform wird ein hochporöser
Formkörper, der beispielsweise aus Graphit besteht, mit verschiedenen Vorläu-
ferlösungen getränkt, beispielsweise mit Hilfe des Verfahrens, welches in der
30 DE-A 100 59 890 beschrieben ist. Anschließend wird auf diesem Formkörper eine
poröse, beständige Membran synthetisiert. Bei einer thermischen Behandlung

wird das Material des Formkörpers entfernt und zurück bleiben das Gehäuse 72 sowie ein feinkörniges Pulver 70 aus der Synthese in den Poren des Formkörpers.

5 Generell sind die in Figur 14 dargestellten Bausteine 36 so gestaltet, dass sie eine Codierung tragen können, die eine eindeutige Identifikation des Bausteines 36 sowie eine Verfolgung seines Weges in einem Synthese- und/oder Testverfahren entsprechend der vorliegenden Erfindung ermöglicht. Für weitere Details zur Herstellung und Anwendung solcher Codierungen sei auch hier auf die diesbezüglichen Beschreibungen in der DE-A 101 17 275 und in der DE-A 101 17 274 verwiesen.

10 Insbesondere können die in den Figuren 14 e bis 14 h dargestellten Bausteine 36 auch Mittel zur Lagesicherung aufweisen, wobei auch die Codierung als Mittel zur Lagesicherung bzw. Positionsidentifikation der Bausteine 36 eingesetzt werden kann. Bezüglich der Mittel zur Lagesicherung bzw. Positionsidentifikation wird diesbezüglich in vollem Umfang auf die in der DE-A 101 17 274 und in der DE-A 101 17 275 dazu gemachten Ausführungen verwiesen, wobei beide Anmeldungen diesbezüglich in den Kontext der vorliegenden Anmeldung mit einzubeziehen sind.

20

Figur 15 zeigt eine spezielle Ausführungsform der Bausteine 36 und ihre Anordnung im Reaktionsraum. Dabei befindet sich das zu testende Material in Pulverform innerhalb eines fluiddurchlässigen Containers. Der Reaktionsraum zwischen feststehendem und nicht feststehendem Bauteil ist nun so ausgebildet, dass er genau einen Baustein in der Einheit zur Aufnahme 20 aufnehmen kann. Zusätzlich sind in Figur 15 a die Mittel zur Zufuhr 25 und 25' mit pyramidalen oder zylindrischen Aufweitungen versehen, um einen strömungstechnisch günstigen Übergang zwischen Mittel zur Zufuhr und Baustein zu gewährleisten.

30

In Figur 15 b ist das Mittel zur Zufuhr im feststehenden Bauteil 31 so ausgeführt, das hierdurch Bausteine 36, also Container, zugeführt werden können, d.h. es liegt ein Mittel zur Bevorratung 42 vor. In dieser speziellen Ausführungsform befinden sich die Bausteine dabei bereits in der für die Testung richtigen Orientierung und Anordnung, die sich im vorliegenden Falle einfach durch ein erfindungsgemäß
5 geeignetes Mittel zur Vereinzelung erzeugen lässt.

Figur 15 c zeigt eine weitere spezielle Ausführungsform des Reaktionsraumes zur Aufnahme eines Bausteines mit einer zylindrischen Querschnittsvergrößerung am
10 oberen Ende. Die Einheit zur Aufnahme des Bausteines 20 ist dabei entsprechend der Form des Bausteines gestaltet. Durch die zylindrische Form am oberen Ende des Bausteines und durch die ebenfalls zylindrisch konisch zulaufende Form der Kavität wird bei Einbringung des Bausteins in die Kavität eine Dichtfläche zwischen Baustein und Kavität gebildet. Dadurch wird erreicht, dass die mittels der
15 Mittel zur Zufuhr zugeführten Bausteine vorzugsweise durchströmt und nicht umströmt werden.

Figur 16 zeigt eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung, in welcher als nicht stationäres Bauteil 30 ein linear verschiebbarer Körper, in ein
20 „Kamm“ bzw. ein Schieber, eingesetzt wird und die Vorrichtung nicht zur Testung von Bausteinen dient, sondern zu deren Konditionierung und/oder Herstellung. Der Schieber ermöglicht die Aufnahme von vorzugsweise jeweils einem Baustein 36 pro Einheit zur Aufnahme. Dies wird beispielsweise an der Station S1 bewerkstelligt. Der Baustein wird beispielsweise aus einem Mittel zur Bevorratung 42 entnommen (im Prinzip in ähnlicher Weise wie unter Figur 13 besprochen) und von einer Einheit zur Aufnahme 20 aufgenommen. Diese Aufnahme kann beispielsweise dadurch unterstützt werden, dass über das Mittel zur Zufuhr
25 25' im feststehenden Bauteil 31 Vakuum angelegt wird und der Baustein 36 gleichsam in die Einheit zur Aufnahme eingezogen wird.

Zur Durchführung weiterer Schritte bzw. Operationen wird der Schieber 30 bevorzugt linear in x-Richtung verfahren. Die Verfahrbarkeit des Schiebers 30 um eine vorzugsweise dem Abstand der Einheiten zur Aufnahme 20 zueinander entsprechenden Länge L, bzw. ein Vielfaches davon, ermöglicht das Positionieren
5 des Bausteins 36 an festgelegten Orten, zur Durchführung von Operationen, wie beispielsweise in Station S 2 das Zudosieren und/oder Zupipettieren von mindestens einer Komponente (beispielsweise durch beliebige Arten bekannter Pipettierroboter, piezo-getriebener Nano-Dosiereinrichtungen etc., wahlweise auch in parallelisierter Anordnung mit einer Pluralität von Pipettierköpfen) über das Mittel
10 zur Zufuhr 25 auf den Baustein in seiner Einheit zur Aufnahme. In der Station S 3 findet durch Zufuhr der entsprechenden Gase und mit Hilfe eines Mittels zum Einstellen von Parametern P 27, hier einer Heizung, eine Trocknung und/oder eine Kalzinierung der in der Station S 2 chemisch und/oder physikalisch veränderten Bausteine statt.

15

Weiterhin kann in der Station S 4 Druckluft in die entsprechend positionierte Einheit zur Aufnahme im Schieber 30 eingeblasen werden. Wenn das über der Einheit zur Aufnahme sitzende Mittel zur Zufuhr, wie hier gezeigt, einen geeigneten Durchmesser hat, so kann der Baustein 36 ausgeblasen werden. In der Station S 5
20 schließlich kann die nun freie Einheit zur Aufnahme durch Zufuhr geeigneter Mittel ausgespült und anschließend in Station S6 entsprechend des Vorgehens für Station S 3 getrocknet werden. Somit ist die Einheit zur Aufnahme vorbereitet, zurück in die Position von Station 1 gesetzt zu werden und einen neuen Baustein 36 aufzunehmen, ohne dass dieser durch vorher verwendete Komponenten kontaminiert würde.
25

Figur 17 zeigt eine schematische Darstellung einer als verschiebbare Schiene angeordneten besonderen Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Testung von flüssigen Ansätzen. In der genannten Darstellung verfügt die
30 erfindungsgemäße Vorrichtung über insgesamt vier Stationen S 1 bis S 4, die durch die feststehenden Bauteile 31 sowie das nicht feststehende Bauteil 30 gebil-

det werden. Die Einheit zur Aufnahme 20 im nicht feststehenden Bauteil ist dabei so gestaltet, dass sie für eine Testung von Ansätzen von in fluider Form vorliegenden bzw. von in Fluiden suspendierten Bausteinen geeignet ist. Zudem verfügt die Einheit zur Aufnahme 20 in diesem Fall nicht über ein Mittel zur Zufuhr, welches einen Durchgang zum unten liegenden feststehenden Bauteil 31 erlauben würde, da diese Funktion in der vorliegenden besonderen Ausführungsform nicht notwendig bzw. sinnvoll ist.

Im vorliegenden Fall wird die erfindungsgemäße Vorrichtung beispielsweise so betrieben, dass an Station S 1 durch ein beispielsweise in xyz-Richtung positionierbares Mittel zur Zufuhr 25, beispielsweise ein kommerziell erhältlicher Dosierroboter mit entsprechender Pipette, ein Baustein 36 in fluider Form in das Mittel zur Aufnahme 20 des nicht feststehenden Bauteils 30 dosiert wird. Anschließend wird Bauteil 30 mit Hilfe eines Mittels zum Antrieb (in der Zeichnung nicht dargestellt) um die Länge L in x-Richtung verschoben, so dass sich der Baustein nun in Station S 2 befindet. An dieser Station verfügen die feststehenden Bauteile 31 über Mittel zum Einstellen von Parametern, beispielsweise eine Heizung 27, womit eine Temperierung des Bausteines im Testzeitraum erreicht wird. Durch diese Temperierung, unter Umständen in Kombination mit weiterer Zugabe von Substanzen über Mittel zur Zufuhr 25 (an Station S2 nicht dargestellt), kommt es zu einer Reaktion des Bausteines in der Einheit zur Aufnahme. Nach einer gewissen Reaktionszeit, die beliebig festgelegt oder durch den Reaktionsfortschritt bestimmt werden kann, wird das Bauteil 30 wiederum um die Länge L in x-Richtung verschoben, so dass der Baustein 36 zur Station S 3 transportiert wird.

25

Hier kann nun, analog zu Station S 1, mit Hilfe eines geeigneten Mittels zur Zufuhr, eine Probe des Bausteins 36 genommen und über eine entsprechende Transporteinrichtung einem Mittel zur Analyse 81 zugeführt werden. Danach wird das nicht feststehende Bauteil 30 wiederum verschoben, so dass die verbliebene Menge des Bausteins an Station S4 aus der Einheit zur Aufnahme ausgespült werden kann. Dies geschieht durch entsprechende Mittel zur Zufuhr 25 und 25', die beispielsweise eine Zufuhr von Lösungsmittel und damit ein Durchspülen der Einheit

30

zur Aufnahme erlauben. Zusätzlich verfügt das feststehende Bauteil 31 an Station S 4 über eine Heizung (Mittel zum Einstellen von Parametern) 27, mit welcher die Einheit zur Aufnahme nach der Spülung und Reinigung getrocknet werden kann, beispielsweise unter Inertgasstrom durch die Mittel zur Zufuhr 25 und 25'.

5

Im Ergebnis der Behandlungsschritte an Station S 4 liegt damit eine gereinigte und trockene Einheit zur Aufnahme 20 für das weitere Verfahren vor. Anschließend kann das nicht feststehende Bauteil 30 nun in negativer x-Richtung um die Länge $3 \times L$ verschoben werden, um erfindungsgemäß den nächsten Baustein zur

10 Testung aufnehmen.

Im Folgenden sollen nun bevorzugte Ausführungsformen beispielhaft illustriert werden ohne den allgemeinen Offenbarungsgehalt der Beschreibung in irgendeiner Form einzuschränken:

15

Ausführungsbeispiel 1:

Eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung soll anhand des folgenden Beispiels näher verdeutlicht werden. Alle im Beispiel für die Herstellung verwendeten wäßrigen Tränklösungen sind zunächst aufgeführt (Konzentration und aufgebrachtes Volumen):

20

Precursor	Verhältnis	Molarität	abgegebenes Volumen	Vo-
$V_2(C_2H_4O_4)_5/H_3PO_4$	(1:1)	0,5M	1000 μ l	
$Ni(NO_3)_3$		2M	500 μ l	
$Co(NO_3)_3$		3M	500 μ l	
$Mg(NO_3)_2$		2,85M	1000 μ l	
$Cr(NO_3)_3$		1,4M	500 μ l	
$Rh(NO_3)_3$		1,25M	1000 μ l	
$AgNO_3$		2M	1000 μ l	

Zu 1 g γ -Aluminiumoxid-Kugeln (CONDEA, 1 mm Durchmesser, ca. 0,7g Gewicht pro Kugel) in einer Porzellanschale werden in einem 1. Schritt (1. Generation) 500 μ l V-Lösung gleichmäßig über die Fläche verteilt zupipettiert. Nach Trocknung (2h bei 80°C im Trockenschrank) und intensivem Durchmischen wird
5 die Menge halbiert und in zwei neue Porzellanschalen überführt; die erste Hälfte an Kugeln wird mit Kobaltlösung (=2. Generation V-Co) beaufschlagt, die zweite Hälfte mit Nickellösung (=2. Generation V-Ni). Auf einer neuen Schale werden beide Mengen der zweiten Generation vereinigt, durchmischt und nach Trocknung (2h bei 80°C im Trockenschrank) mit der Magnesiumlösung beschichtet (=3. Generation V-Co-Ni-Mg). Anschließend wird die durchmischte Trägerkugelmenge
10 getrocknet (2h bei 80°C im Trockenschrank), wieder halbiert und auf zwei Schälchen aufgeteilt; die eine Hälfte wird mit einer Rhodium-Vorläuferlösung versehen (=4. Generation V-Co-Ni-Mg-Rh), die zweite mit der Chromlösung (=4. Generation V-Co-Ni-Mg-Cr). Beide Mengen werden wieder getrocknet und
15 dann zusammengeführt, intensiv gemischt und im letzten Schritt mit der Silberlösung versehen (=Endgeneration V-Co-Ni-Mg-Rh-Cr-Ag). Zum Schluss erfolgt ein weiterer Trocknungsschritt: die Endgeneration wird 12h lang bei 80°C in einem Trockenschrank behandelt und anschließend bei 500°C unter Stickstoff im Muffelofen kalziniert.

20

Die Testung der hergestellten Materialien auf Performance-Eigenschaften erfolgt nachfolgend in einer erfindungsgemäßen Vorrichtung entsprechend Figur 1 und Figur 6. Der Erstellung des Versuchablaufs erfolgt vorab mittels einer eigens entwickelten web-basierten grafischen Software-Lösung, wobei eine Auswahl der zu
25 testenden Bausteine aus einer Datenbank sowie die Zuweisung entsprechender Versuchparameter erfolgt. Das experimentelle Versuchsdesign wird anschließend im XML-Format gespeichert und an die Steuerung der Vorrichtung transferiert. Der komplette Versuchsablauf erfolgt anschließend automatisiert über einen PC mit entsprechender grafischer Software zur Steuerung der verschiedenen Bestandteile der Vorrichtung: Temperierung, Eduktdosierung mittels Massendurchflussreglern bzw. Verdampfung flüssiger Edukte in geregelten Verdampfern oder
30

Sättigern, Positionierung des nicht feststehenden Bauteils 30 durch einen Motorantrieb, Ansteuerung und Datenerfassung vom Analysengerät (Massenspektrometer), Ansteuerung entsprechender Magnetventile etc. Der Versuchsablauf wird der Steuerung dabei durch Auswahl und Laden des XML-Versuchsdesigns vorgegeben. Die Erfassung und Speicherung der ermittelten Versuchsdaten erfolgt wiederum in einem eigenentwickeltem XML-Datenformat und anschließend in einer entsprechenden Datenbank.

10 Nach der Kalzinierung werden alle Bausteine (Kugeln) 36 in den Bevorratungsbehälter 42 (Abb. 1) überführt. Bei der Bevorratung wird die gesamte Materialbibliothek bei 200°C unter einem N₂-Strom von 200 ml/min gehalten. Das Rad analog zu Abbildung 6 mit beispielsweise 10 Positionen A-J nimmt sukzessive Kugeln aus dem Bevorratungsbehälter auf. Auf der ersten Position A des Rades erfolgt eine Anströmung mit Fluid aus der Gasversorgung 1. Hier wird die Kugel
15 mit N₂ (2 ml/min, 350°C) angeströmt und erwärmt. Position A erlaubt es jedoch wahlweise, die Kugel aus dem Vorratsbehälter mittels Unterdruck (Membranpumpe) auf Position A im Rad zu saugen. Durch Drehen des Rades um 45° (Taktung: 10s) gelangt die Kugel zu den Konditionierungspositionen B bis F. Hier werden sie mit einem Gesamtstrom von 2ml/min mit einer Fluidmischung (1%
20 Toluol in syn. Luft) über die die Mittel zur Zufuhr 25 bei 350°C angeströmt. (Während des Weiterdrehens des Rades wird Position A des Rades mit der nächsten Kugel befüllt). Zielreaktion ist die partielle Oxidation von Toluol zu Benzaldehyd in der Gasphase mit synthetischer Luft. Position H stellt die Meßposition des Rades dar, das Messen erfolgt unter den analogen Bedingungen wie auf den
25 Konditionierungspositionen B-F mittels massenspektrometrischer Analyse (Abb. 1, 81).

Ein kommerziell erhältliches Massenspektrometer mit Probenkapillare ("Schnüffelleitung", Balzers QMS 200) analysiert den Fluidstrom auf der Meßposition
30 innerhalb von 7 s. Anhand des Ionenstroms für ausgewählte m/z-Verhältnisse erfolgt an den Klassifizierungspositionen H bis J in Abb. 6 die Auswahl der Mate-

rialien. Exemplarisch wurden 3 Produkte mit den entsprechenden m/z-Verhältnissen ausgewählt: m/z=44 spezifisch für CO₂, m/z=106 spezifisch für Benzaldehyd und m/z=123 charakteristisch für die Benzoesäure. An Position H (Abb. 6) werden alle Kugeln ausgeschleust, die prospektiv für die Zielreaktion (Toluol zu Benzaldehyd) sind, also für m/z=106 einen Wert größer als 5*10⁻¹¹mA aufweisen. An Position I des Rades (Abb. 19) werden alle Materialien "aussortiert", deren CO₂-Signal (m/z=44) größer als 2*10⁻⁷ mA ist, also hauptsächlich das Toluol total verbrennen, oder deren Signal für Benzoesäure den Wert von 1*10⁻¹⁰ mA des Peaks bei m/z=123 übersteigen. An der letzten Position werden alle verbleibenden Kugeln "gesammelt". Diese Kugeln zeigen unter diesen Bedingungen weder eine signifikante Aktivität zum Zielprodukt noch zu CO₂. Im Anschluss an diese Bewertung der Materialien entsprechend ihrer Performance-Eigenschaften (katalytische Aktivität und katalytische Selektivität) werden die Materialien aus Position H elementaranalytisch mittels XRF (Röntgenfluoreszenzspektroskopie) charakterisiert. Dabei ergibt sich das in nachfolgender Tabelle aufgeführte Ergebnis für 10 Materialien der Klasse H, die Benzaldehyd oberhalb eines bestimmten Schwellenwertes (m/z=106 > 5*10⁻¹¹mA) bilden.

Tabelle 1: Ergebnisse der μ -EDX an 10 Materialien der Klasse H

Endgeneration: V-Co-Ni-Mg-Rh-Cr-Ag		
1. Bead	Oxide:	Wt%
	Al	92,33
	V	2,5
	Co	0,23
	Ni	1,78
	Mg	0,96
	Rh	0,77
	Cr	0,74
	Ag	0,03
2. Bead	Oxide:	Wt%

	Al	91,88
	V	2,13
	Co	0,44
	Ni	1,46
	Mg	1,78
	Rh	0,71
	Cr	1,98
	Ag	0,01
3. Bead	Oxide:	Wt%
	Al	96,10
	V	1,99
	Co	0,53
	Ni	1,22
	Mg	1,62
	Rh	0,64
	Cr	2,13
	Ag	0,05
4. Bead	Oxide:	Wt%
	Al	97,39
	V	1,31
	Co	0,3
	Ni	1,54
	Mg	1,34
	Rh	0,39
	Cr	1,02
	Ag	0,11
5. Bead	Oxide:	Wt%
	Al	92,99
	V	2,19
	Co	0,71

	Ni	0,63
	Mg	1,14
	Rh	0,57
	Cr	1,83
	Ag	0
6. Bead	Oxide:	Wt%
	Al	96,58
	V	1,82
	Co	0,36
	Ni	1,23
	Mg	1,11
	Rh	0,44
	Cr	1,57
	Ag	0,07
7. Bead	Oxide:	Wt%
	Al	97,96
	V	1,11
	Co	1,04
	Ni	1,13
	Mg	0,39
	Rh	0,31
	Cr	0,79
	Ag	0
8. Bead	Oxide:	Wt%
	Al	95,99
	V	1,85
	Co	0,47
	Ni	0,65
	Mg	1,95
	Rh	0,66

	Cr	0,61
	Ag	0,23
9. Bead	Oxide:	Wt%
	Al	97,18
	V	1,14
	Co	0,41
	Ni	1,26
	Mg	0,26
	Rh	0,34
	Cr	0,81
	Ag	0,13
10. Bead	Oxide:	Wt%
	Al	97,65
	V	1,33
	Co	0,61
	Ni	0,34
	Mg	0,76
	Rh	0,43
	Cr	0,19
	Ag	0,07

Ausführungsbeispiel 2:

Alle im Beispiel für die Herstellung verwendeten wässrigen Tränklösungen sind
5 zunächst aufgeführt (Konzentration und aufgebrachtes Volumen):

Precursor	Verhältnis	Molarität	Abgegebenes Vo- lumen
$V_2(C_2H_4O_4)_5/H_3PO_4$	(1:1)	0,5M	1000 µl
$Ni(NO_3)_3$		2M	500 µl

Co(NO ₃) ₃	3M	500 µl
Mg(NO ₃) ₂	2,85M	1000 µl
Cr(NO ₃) ₃	1,4M	500 µl
Rh(NO ₃) ₃	1,25M	1000 µl
AgNO ₃	2M	1000 µl

- Zu 1 g γ -Aluminiumoxid-Kugeln (CONDEA, 1 mm Durchmesser, ca. 0,7g Gewicht pro Kugel) in einer Porzellanschale werden in einem 1. Schritt (1. Generation) 500µl V-Lösung gleichmäßig über die Fläche verteilt zupipettiert. Nach
- 5 Trocknung (2h bei 80°C im Trockenschrank) und intensivem Durchmischen wird die Menge halbiert und in zwei neue Porzellanschalen überführt; die erste Hälfte an Kugeln wird mit Kobaltlösung (=2. Generation V-Co) beaufschlagt, die zweite Hälfte mit Nickellösung (=2.Generation V-Ni). Auf einer neuen Schale werden beide Mengen der zweiten Generation vereinigt, durchmischt und nach Trocknung
- 10 (2h bei 80°C im Trockenschrank) mit der Magnesiumlösung beschichtet (=3. Generation V-Co-Ni-Mg). Anschließend wird die durchmischte Trägerkugelmenge getrocknet (2h bei 80°C im Trockenschrank), wieder halbiert und auf zwei Schälchen aufgeteilt; die eine Hälfte wird mit einer Rhodium-Vorläuferlösung versehen (=4.Generation V-Co-Ni-Mg-Rh), die zweite mit der Chromlösung
- 15 (=4.Generation V-Co-Ni-Mg-Cr). Beide Mengen werden wieder getrocknet und dann zusammengeführt, intensiv gemischt und im letzten Schritt mit der Silberlösung versehen (=Endgeneration V-Co-Ni-Mg-Rh-Cr-Ag). Zum Schluss erfolgt ein weiterer Trocknungsschritt: die Endgeneration wird 12h lang bei 80°C in einem Trockenschrank behandelt und anschließend bei 500°C unter Stickstoff im Muf-
- 20 felofen kalziniert.

- Nach der Kalzinierung werden alle Bausteine (Kugeln) in einen Bevorratungsbehälter (nicht dargestellt in Abb. 17) überführt. Bei der Bevorratung wird die gesamte Materialbibliothek bei 200°C unter einem N₂-Strom von 200 ml/min gehalten.
- 25 In einer Station S0 (nicht dargestellt in Abb. 17) wird eine einzelne Kugel in eine Einheit zur Aufnahme 20 sowie ein einzelner Rührkern („Rührfisch“) in

entsprechender Größe abgegeben. Als Flüssigphasen-Testreaktion wurde die Oxidation von Toluol mit tert.-Butylhydroperoxid zu Benzaldehyd ausgewählt. Dabei entstehen als Nebenprodukte tert.-Butanol und H_2O . Nach Positionierung des Bauteils 30 durch Verschieben in x-Richtung zur Position S1 erfolgt die subse-

5 quente Zugabe von 400 μl Toluol und 100 μl tert.-Butylhydroperoxid (TBHP, 80%ig) über Vorrichtung 25, z. B. über die Pipettierspitze eines kommerziell erhältlichen Dosierroboters. Das Bauteil 31 wird nach der Befüllung mit Edukten in x-Richtung weiter auf Position S3 verfahren, wo eine Temperierung über das Mittel 27 sowie eine Durchmischung über einen externen Magnetrührer (in Abb.

10 17 nicht dargestellt), welcher auf Position S2 von unten den Magnetrührfisch antreibt. Nach zweiminütiger Reaktionszeit bei 85 °C auf Position S2 wird das Bauteil 31 um die Länge L in x-Richtung zur Position S3 verschoben. Bei Position S3 ist es leicht möglich, über z. B. die Pipettierspitze eines kommerziell erhältlichen Dosierroboters eine Flüssigprobe (50 μl) der Reaktionsmischung zu

15 entnehmen und dem Analysengerät 81, in unserem Falle einem GC/MS zuzuführen. Im Analysengerät 81 (z. B. GC/MS) wird eine chromatographische Trennung der Flüssigprobe durchgeführt und jeder Bestandteil massenspektrometrisch identifiziert. Somit ist ein qualitativer Nachweis auf das Zielprodukt Benzaldehyd schnell möglich. Nach Weitertransport des Bauteils 31 auf Position S4 wird die

20 gesamte Reaktionskammer 20 über die Zufuhr 25 mit Aceton gespült. Über den Ablass 25' werden flüssige und feste Bestandteile der Reaktionslösung herausgespült und die Reaktionskammer gereinigt. Ein abschließendes Durchblasen mit N_2 stellt den Ausgangszustand der Kammer 21 wieder her, so dass nach Verfahren des Bauteils 31 auf Position S0 mit einem erneuten Füllen mit festem Katalysatorbead und Mittel zum Rühren („Rührfisch“) die Abfolge der Reaktionsschritte

25 von S0 bis S4 erneut durchlaufen werden kann.

Als qualitatives Ergebnis unseres Beispiels lässt sich festhalten, dass Katalysatoren mit hohem Vanadiumgehalt innerhalb der hergestellten Materialien qualitativ

30 die besten Ergebnisse zur Bildung von Benzaldehyd liefern.

Ausführungsbeispiel 3: Herstellung von Bausteinen mittels der erfindungsgemäßen Vorrichtung

Zur Herstellung einer Katalysatorbibliothek nach einer speziellen Split & Pool-Methode wurde eine erfindungsgemäße Vorrichtung entsprechend Figur 16 eingesetzt. Die verschiebbare Schiene 30 wurde dabei aus einer Edelstahlschiene mit einer Dicke von 4 mm gefertigt und die Einheiten zur Aufnahme 20 mit sowie die nach unten durchgehenden Kanäle mit Hilfe von Mikrostrukturtechniken gefertigt. Die Einheiten zur Aufnahme 20 wurden dabei in einer Anordnung von 16×4 Einheiten gefertigt, um seriell in X-Richtung jeweils 16 Behandlungsschritte sowie parallel (in y-Richtung) jeweils 4 Behandlungsschritte (Linien) durchzuführen. Damit verfügte die Vorrichtung jeweils über vier Stationen S1 bis S6 im feststehenden Bauteil 31. An der Position S1 wurden in die parallelen Herstellungslinien jeweils ein Katalysatorträgerkorn 36 (Al_2O_3 -Bead, 1mm Durchmesser, Sasol) aus der gemeinsamen Vorlage 42 für alle vier Linien in die Einheit zur Aufnahme 20 eingebracht, unterstützt durch Anlegen eines Vakuums am Mittel zur Zufuhr 25'. Durch maschinelle, computergesteuerte Verschiebung der Schiene 30 wurden die Beads zu Station S2 transportiert. Dort wurden mittels eines speziellen Dosierroboters (Nanoplotter, Fa. GeSIM, Großberkmannsdorf, Germany), vier verschieden konzentrierte Vorläuferlösungen ($\text{Rh}(\text{NO}_3)_3$) durch einen Vierfach-Pipettierkopf gleichzeitig auf die verschiedenen Beads aufgebracht, die durch in-cipient wetness in folgenden Metallgehalten resultieren:

- Linie 1: 0.1 % Rh
- Linie 2: 0.3 % Rh
- 25 - Linie 3: 0.8 % Rh
- Linie 4: 1.5 % Rh

Nach einer Einwirkzeit von 20 s erfolgte ein Weitertransport zu Station S3, wo mittels einer lokalen Heizung 27 eine Trocknung der beads bei 80 °C erfolgt. Nach Ablauf von 20 s (in welcher Zeit bereits die Tränkung des nächsten Trägers

in der nachfolgenden Aufnahme erfolgte), wurde zu Station S4 positioniert und die getränkten, getrockneten Beads in ein gemeinsames keramisches Sammelgefäß pro Linie ausgetragen. Nach einem weiteren Takt in X-Richtung wurde die Einheit zur Aufnahme 20 an Station S5 mit Aceton gespült und anschließend an Station S6 bei 80 °C unter stationärem N₂-Strom getrocknet. Durch weitere Taktung in x-Richtung mit einer Taktzeit von 20 s durchlaufen in einer Linie insgesamt 16 Beads eine Tränkung mit anschließender Trocknung. Im Ergebnis wurden damit pro Linie jeweils 16 identische Rh-tragende Beads hergestellt.

- 10 Anschließend wurde die Schiene 30 in negativer x-Richtung zurück zum Anfang positioniert und anschließend pro Schiene jeweils 16 Beads in identischer Weise behandelt. Dieser Vorgang wurde wiederholt, bis insgesamt 512 Beads pro Schiene hergestellt wurden. Nach einer Kalzinierung der Beads bei 450 °C werden die Beads der vier Linien gemischt und anschließend wiederum auf die Vorlage 42
15 gegeben. In diesem Syntheseschritt wurde nun ein zweites Element, Ni (Vorläufer: Ni(NO₃)₃) in den gleichen vier oben genannten Konzentrationsstufen (0.1 %, 0.3 %, 0.8 %, 1.5 %) in der gleichen Art und Weise für jeweils 512 Beads pro Linie aufgebracht. Nach erneuter Kalzinierung und Mischung wurden die Syntheseschritte nachfolgend auch mit den Elementen Co und Ag durchgeführt (Vorläufer: Co(NO₃)₃ bzw. AgNO₃).
20

- Mit dieser Vorgehensweise konnte eine Split & Pool-Bibliothek auf einfache Weise komplett automatisiert durchgeführt werden. Die Besonderheit dabei ist, das ein einzelner Syntheseschritt an einem einzelnen Bead und damit unter Umständen deutlich reproduzierbarer durchgeführt werden kann. Zudem ist diese
25 Anordnung auch für die Herstellung zahlenmäßig kleiner Bibliotheken sinnvoll, da direkt auch eine Zählung und Sortierung der Elemente erfolgt. Mit einer weiteren Parallelisierung, d. h. einer Vergrößerung der Anzahl paralleler Syntheselinien, lässt sich die Geschwindigkeit zudem weiter deutlich erhöhen. Selbstverständlich ist zudem offensichtlich, dass die an Position S2 zugegebenen Vorläufer in
30 Konzentration, Art und Menge beliebig mit der Zeit variiert werden können.

Bezugszeichenliste

5	20	-	Einheit zur Aufnahme
	23	-	Mittel zur Kraftübertragung
	24	-	Mittel zur Befestigung
	25	-	Mittel zur Zufuhr
	26	-	Mittel zum Antrieb
	27	-	Mittel zum Einstellen von Parametern
	28	-	Ableitung von Abgasen
10	29	-	Mittel zur fluidischen Abdichtung
	30	-	nicht feststehendes Bauteil
	31	-	feststehendes Bauteil
	32	-	single bead reactor
	35	-	Kern
15	36	-	Baustein
	37	-	Schale
	38	-	zentraler Hohlraum
	39	-	Schicht
	42	-	Mittel zur Bevorratung
20	70	-	Pulver
	72	-	Gehäuse
	74	-	Membran
	76	-	Deckel
	81	-	Mittel zur Analyse

- 82 - IR-transparentes Fenster
- 83 - Magnetventile

5

- FIC - Flow Indication Control
- TIC - Temperature Indication Control
- CIC - Concentration Indication Control

Patentansprüche

- 5 1. Vorrichtung zur kontinuierlichen Testung von mindestens zwei Bausteinen, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung mindestens die folgenden Bestandteile aufweist:
- (i) mindestens ein räumlich feststehendes Bauteil mit mindestens einem Mittel zur Zufuhr;
- 10 (ii) mindestens ein räumlich nicht feststehendes Bauteil;
- (iii) mindestens eine Einheit zur Aufnahme eines Bausteins;
- wobei sich die Lage mindestens eines Bausteines relativ zu dem mindestens einen anderen Baustein während der kontinuierlichen Testung ändert.
- 15
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sich die Geometrie des Reaktionsraumes während der Testung ändert, wobei der Reaktionsraum eine Kombination ist von mindestens einer Einheit zur Aufnahme mit mindestens einem weiteren Bestandteil der erfindungsgemäßen Vorrichtung.
- 20
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass während der Testung eine Eigenschaftsänderung von mindestens einem Baustein induziert wird, wobei diese Eigenschaftsänderung chemischer, physikalischer oder physikalisch-chemischer Natur sein kann.
- 25

4. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens ein weiteres Mittel, ausgewählt aus der folgenden Gruppe enthält:

- 5 (i) Mittel zur Analyse auf mindestens eine Performance-Eigenschaft;
- (ii) Mittel zur Bevorratung von mindestens zwei Bausteinen;
- 10 (iii) Mittel zur Auswahl mindestens eines Bausteins
- (iv) Mittel zum Erfassen und Auswerten von Daten;
- (v) Mittel zum Transport von mindestens einem Baustein;
- 15 (v) Mittel zur Klassifizierung von mindestens einem Baustein;
- (vi) Mittel zur Befestigung;
- 20 (vii) Mittel zur Kraftübertragung;
- (viii) Mittel zum Antrieb;
- (ix) Mittel zum Einstellen von Parametern P;
- 25 (x) Mittel zum Beseitigen von Folge- oder Nebenprodukten;
- (xi) Mittel zur fluidischen Abdichtung;

30 wobei mindestens zwei dieser Mittel in beliebiger Permutation und Wiederholung oder Permutation oder Wiederholung eingesetzt werden können.

- 35 5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das mindestens eine Mittel zur Analyse ausgewählt wird aus der folgenden Gruppe umfassend: Infrarot-Thermographie, Massenspektroskopie, Chromatographie-Techniken wie GC, LC, HPLC, Micro-GC; Rapid-GC, dispersive FTIR-Spektroskopie, Mikrowellen-Spektroskopie, Raman-Spektroskopie,
- 40 NIR, UV, UV-VIS, NMR, ESR, GC-MS, Infrarot-

Thermographie/Raman-Spektroskopie, Infrarot-Thermographie/dispersive FTIR-Spektroskopie, Farbdetektion mit chemischem Indikator/MS, Farbdetektion mit chemischem Indikator/GCMS, Farbdetektion mit chemischem Indikator/dispersive FTIR-Spektroskopie, photoakustische Analyse, elektronische oder elektrochemische Sensoren sowie tomographische NMR-, ESR-Methoden, sowie beliebige Kombinationen von mindestens zwei der vorstehend genannten Mittel zur Analyse.

6. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das nicht feststehende Bauteil eine entlang einer Raumachse verschiebbare Einheit oder ein um eine Achse rotierbarer Körper ist, oder eine Kombination aus beidem.
7. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Baustein ein Körper ist, dessen maximaler Radius, gemessen vom geometrischen Schwerpunkt des Körpers, zwischen 1 mm und 20 cm liegt.
8. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Baustein ein im wesentlichen kugelförmige Körper mit einem Durchmesser von 100 μm bis 2 cm ist.
9. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass sich (i) in der Einheit zur Aufnahme oder (ii) in einem Mittel zur Zufuhr oder (iii) in einem Reaktionsraum oder in einer beliebigen Kombination von (i) bis (iii) mindestens eines der folgenden Elemente befindet: Restriktor, also Druckverlustelement oder Druckgleichverteiler, Membran, Stutzen, Verschlusseinheit.
10. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Baustein in der Einheit zur Aufnahme oder die

Einheit zur Aufnahme im Zusammenwirken mit mindestens einem Mittel zur Zufuhr so angeordnet ist, dass der Baustein entweder horizontal oder vertikal von einem Fluid überströmt, umströmt und/oder angeströmt wird.

- 5 11. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Transport oder die Auswahl eines Bausteins oder dass Transport und Auswahl eines Bausteins nach mindestens einer Methode ausgewählt aus der folgenden Gruppe erfolgt: pneumatische Transportmethoden, einschließlich Anwenden von Über- oder Unterdruck, mechanisches Bewegen, Bewegen durch mechanische Elemente, optische Zangen, Schallfelder, elektrostatische Methoden, magnetische Methoden, Piezoelemente, Gravitation.
- 10
12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die mechanischen Elemente ausgewählt werden aus der folgenden Gruppe umfassend: Räder, Kämme, Fließbänder, Schnecken, „Drehtüren“, Picker, Greifer, Dosiervorrichtungen.
- 15
13. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als mindestens ein Baustein ein Behälter eingesetzt wird, der mindestens ein pulverförmiges Material enthält.
- 20
14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass der Behälter zumindest eines der folgenden Merkmale aufweist: (i) der Behälter ist mit einer Codierung versehen, (ii) der Behälter ist mit mindestens einer Membran oder einer Fritte ausgestattet, (iii) der Behälter ist verschließbar, (iv) das Pulver ist im Behälter erzeugt worden.
- 25
15. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das nicht feststehende Bauteil so bewegt wird, dass
- 30

es sich in bestimmten Intervallen mit gleichförmiger Geschwindigkeit bewegt, während es in anderen bestimmten Intervallen ruht.

- 5 16. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Mittel zur Zufuhr aus Kanälen mit polyeder- bzw. kreisförmiger Querschnittsfläche bestehen, wobei sich die Querschnittsfläche über die Länge eines Kanals ändern kann, z.B. konisch zulaufen, oder gleich bleiben kann.
- 10 17. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Mittel zur Zufuhr sowohl zur Zufuhr als auch zur Abfuhr von (i) Fluiden, (ii) Bausteinen, (iii) Strahlung dienen sowie als Drucksteuerungselemente fungieren, d.h. als Druckverminderer, bzw. bei Vorliegen einer Pluralität von miteinander verbundenen Einheiten zur Aufnahme eines Bausteins, auch als Druck(gleich)verteiler.
- 15
- 20 18. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens ein Mittel zur fluidischen Abdichtung an mindestens einer Stelle zwischen einem feststehenden und einem nicht feststehenden Bauteil aufweist, und dass das besagte Mittel zur fluidischen Abdichtung ausgewählt ist aus der folgenden Gruppe umfassend: Verpressen polierter oder anderweitig behandelter Flächen, insbesondere von Metall-Flächen, Verwenden von Dichtlippen, Dichtringen, insbesondere von O-Ringen, Metall-Ringen, Graphit, Schmiermitteln, Teflon.
- 25
19. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens zwei dieser Vorrichtungen parallel oder seriell oder parallel und seriell angeordnet sind.

20. Verwendung einer Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche in der Hochdurchsatz-Materialforschung, insbesondere in der Katalysator-Forschung.
- 5 21. Katalysator enthaltend zumindest Vanadium, erhalten durch Verwendung einer Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 20
- 10 22. Vorrichtung zur kontinuierlichen Konditionierung und Herstellung oder kontinuierlichen Konditionierung oder Herstellung von Bausteinen, mindestens umfassend:
- (i) mindestens ein räumlich feststehendes Bauteil mit mindestens einem Mittel zur Zufuhr,
 - (ii) mindestens eine Einheit zur Aufnahme eines Bausteins,
 - 15 (iii) mindestens ein räumlich nicht feststehendes Bauteil
- wobei sich die Lage mindestens eines Bausteines relativ zu dem mindestens einen anderen Baustein während der kontinuierlichen Herstellung und/oder Konditionierung ändert.
- 20 23. Vorrichtung zur Auswahl von mindestens einem Baustein aus einer Menge von mindestens zwei Bausteinen, dadurch gekennzeichnet, dass sich (i) die Bausteine in einem Mittel zu Bevorratung befinden, welches (ii) mit einer Einheit zur Aufnahme über eine beweglichen Schiene verbunden werden kann, wobei (iii) die Schiene mit Hilfe eines Mittels zum Antrieb so fortbewegt werden kann, dass (iv) der Baustein in der Einheit zur Aufnahme mit zwei Mitteln zur Zufuhr verbunden werden, wobei (v) das eine Mittel zur Zufuhr über eine durch eine Druckdifferenz ausgelöste Fluidströmung den Baustein in das andere Mittel zur Zufuhr befördert und (vi) dieses andere Mittel zur Zufuhr mit einer Vorrichtung nach einem der vorstehenden Ansprüche verbunden ist.
- 25
- 30

hte Aktiengesellschaft
the high throughput experimentation company

09. Dezember 2002
H39003 MR/HT/CGZ

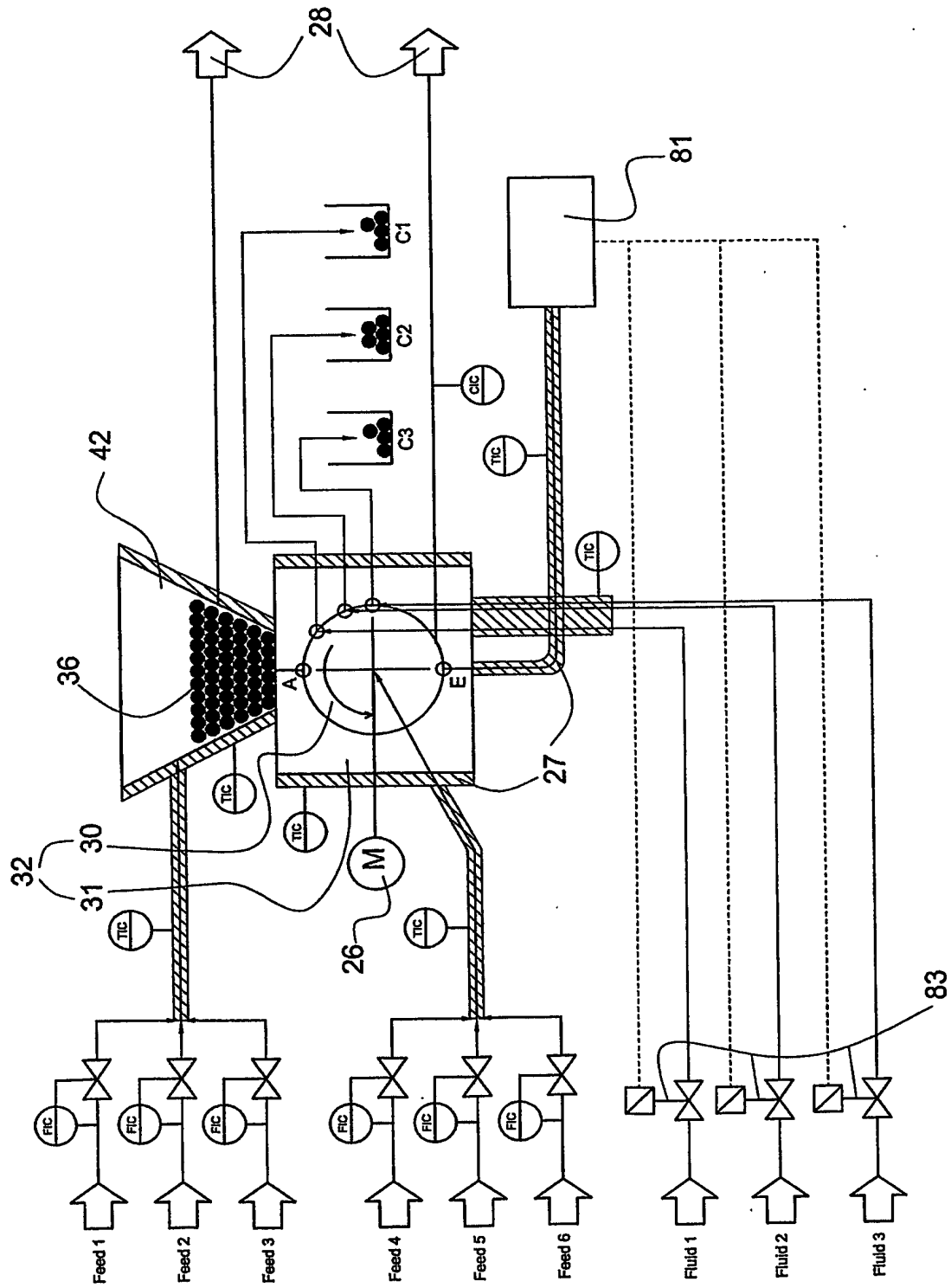
Zusammenfassung

5

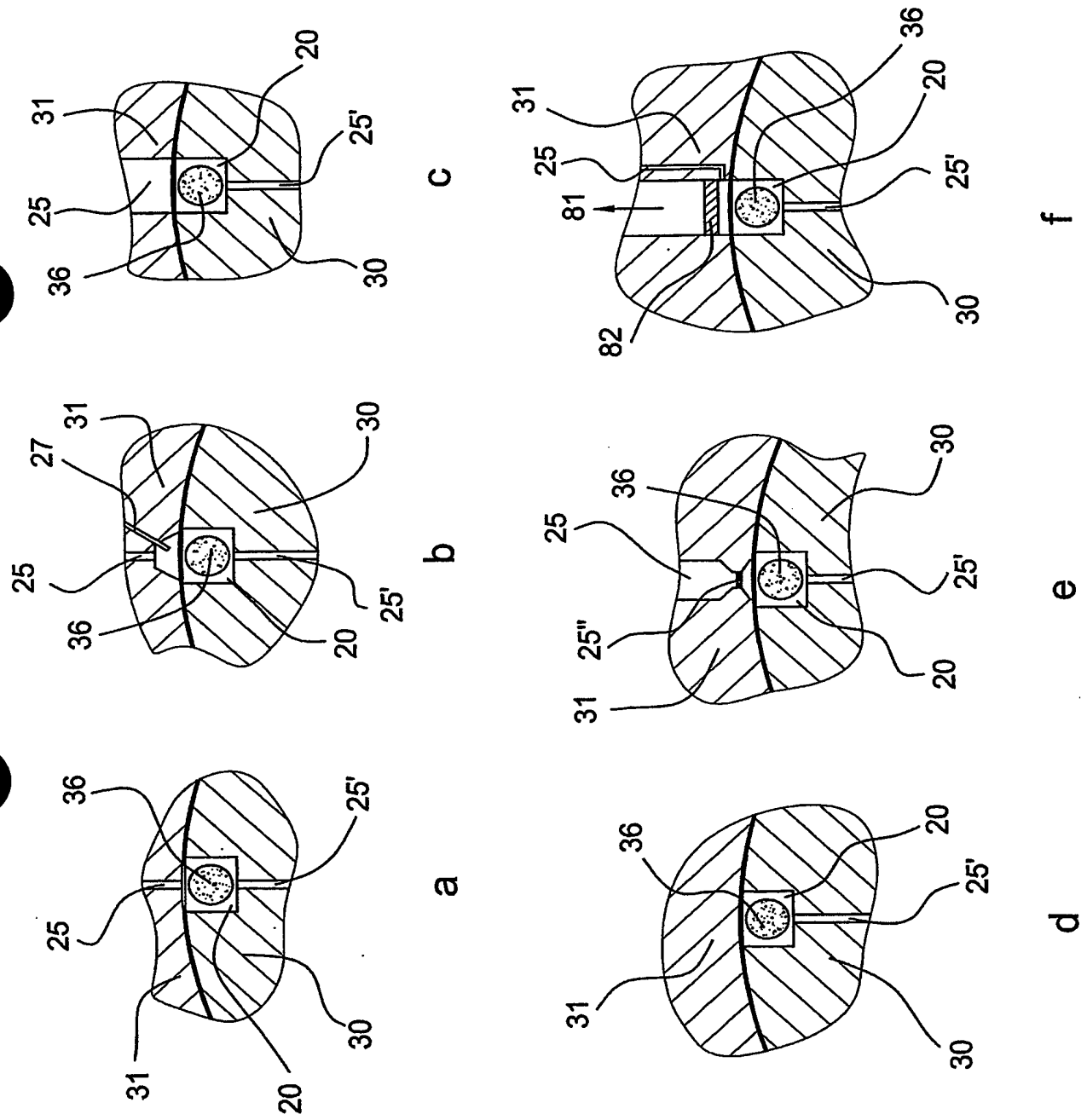
Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum kontinuierlichen Testen von mindestens zwei Bausteinen, die Teil einer kombinatorischen Materialbibliothek sind. Dabei ist diese Vorrichtung insbesondere dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens die folgenden Bestandteile aufweist: (i) mindestens ein räumlich feststehendes Bauteil mit mindestens einem Mittel zur Zufuhr, (ii) mindestens ein räumlich nicht feststehendes Bauteil, sowie (iii) mindestens eine Einheit zur Aufnahme eines Bausteins. Dabei bewegt sich während der Testung mindestens ein Baustein räumlich relativ zu dem mindestens einen anderen Baustein.

10

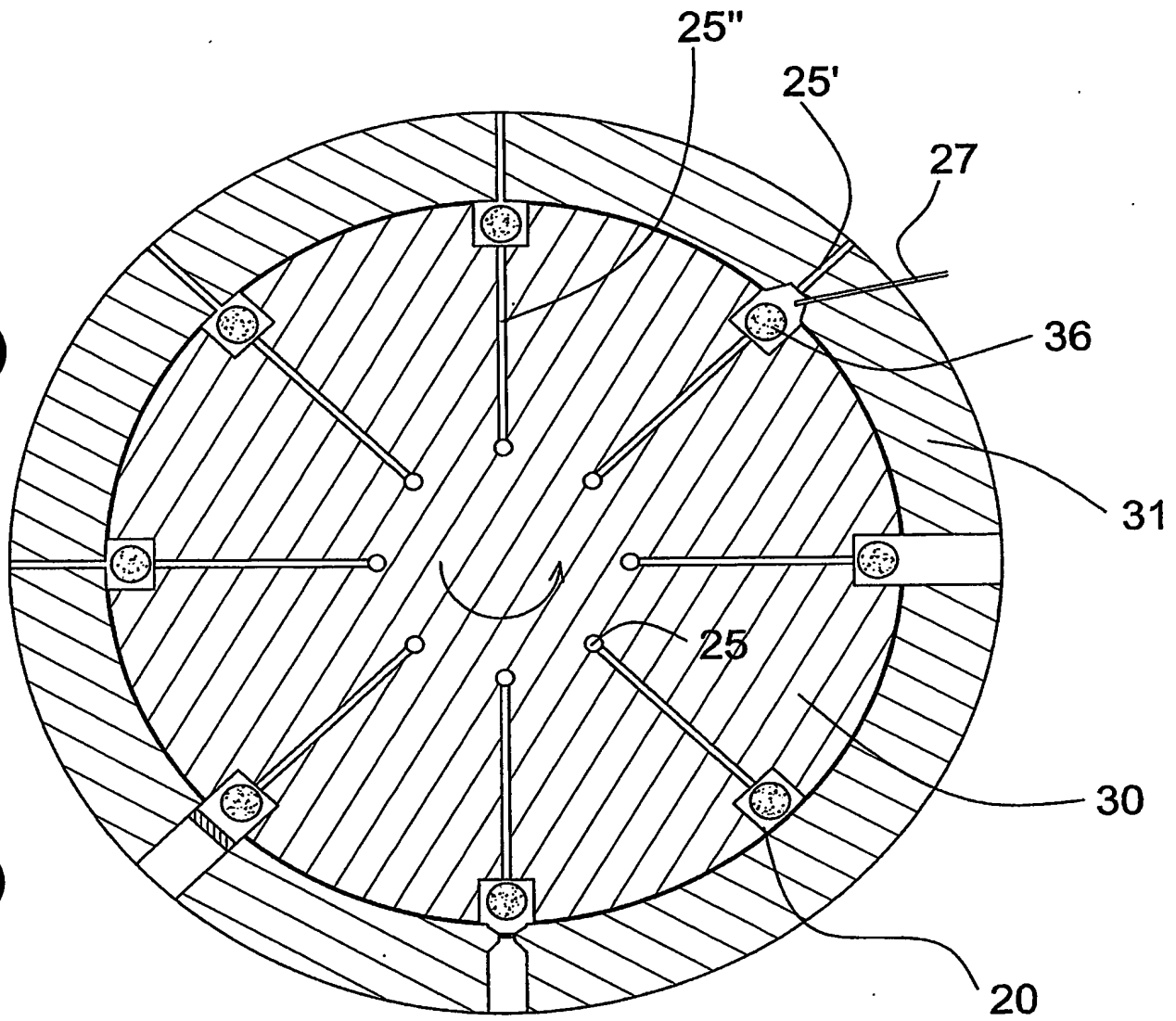
Figur 1



Figur 2 a - f

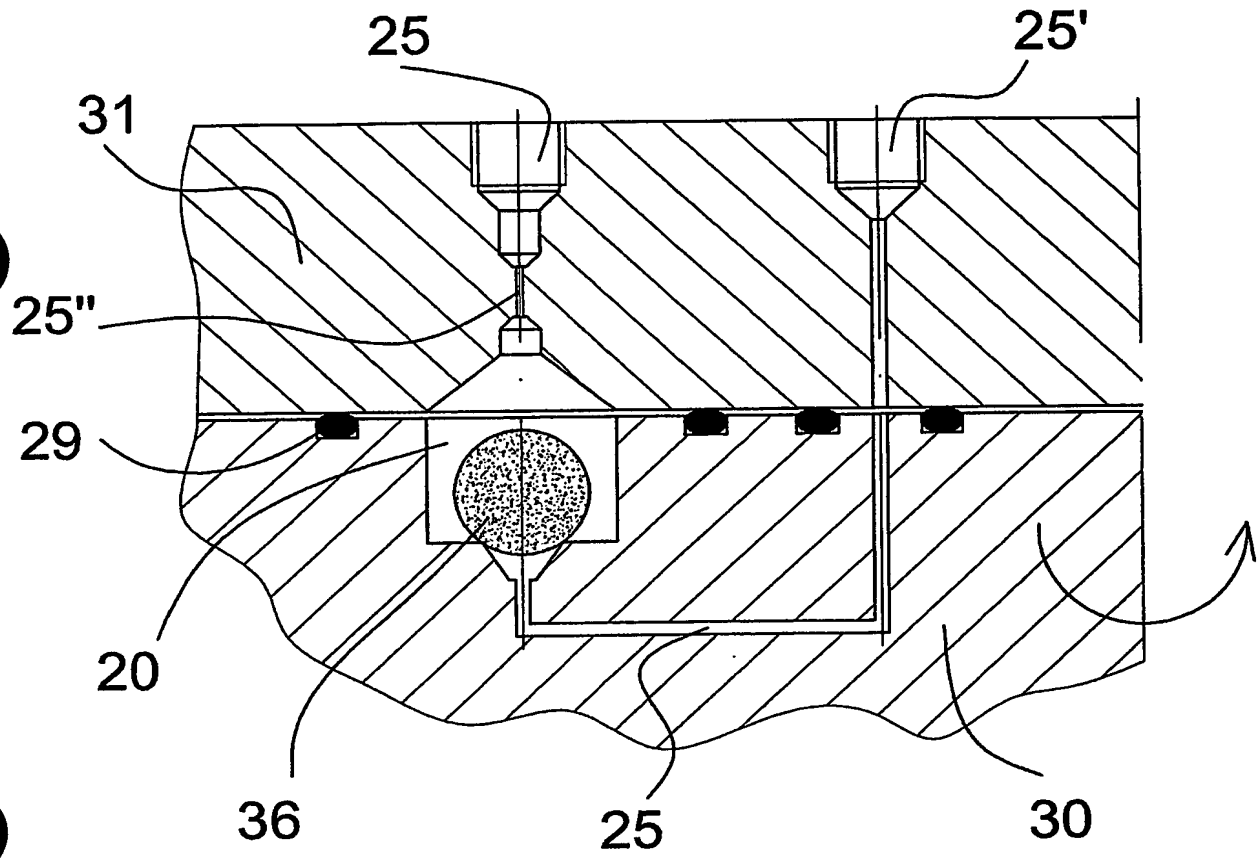


Figur 2 g



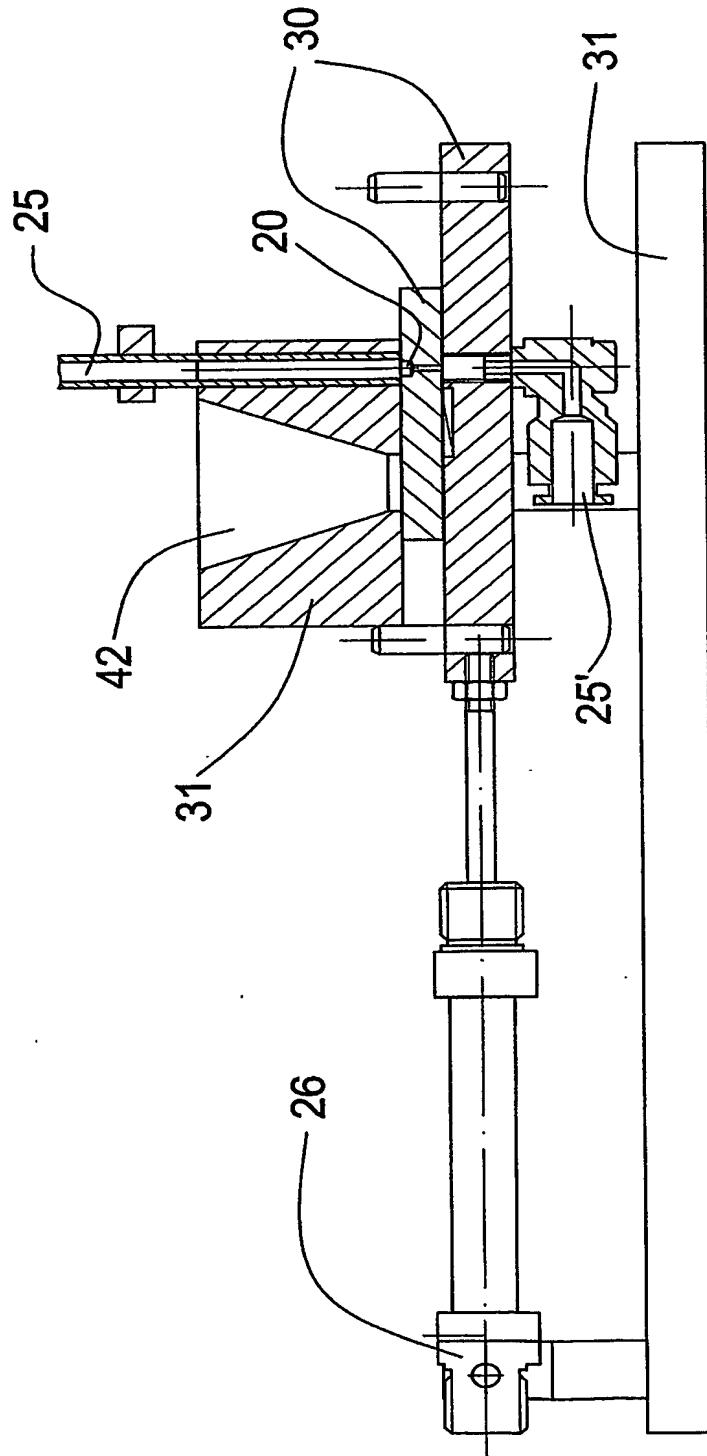
4/22

Figur 3

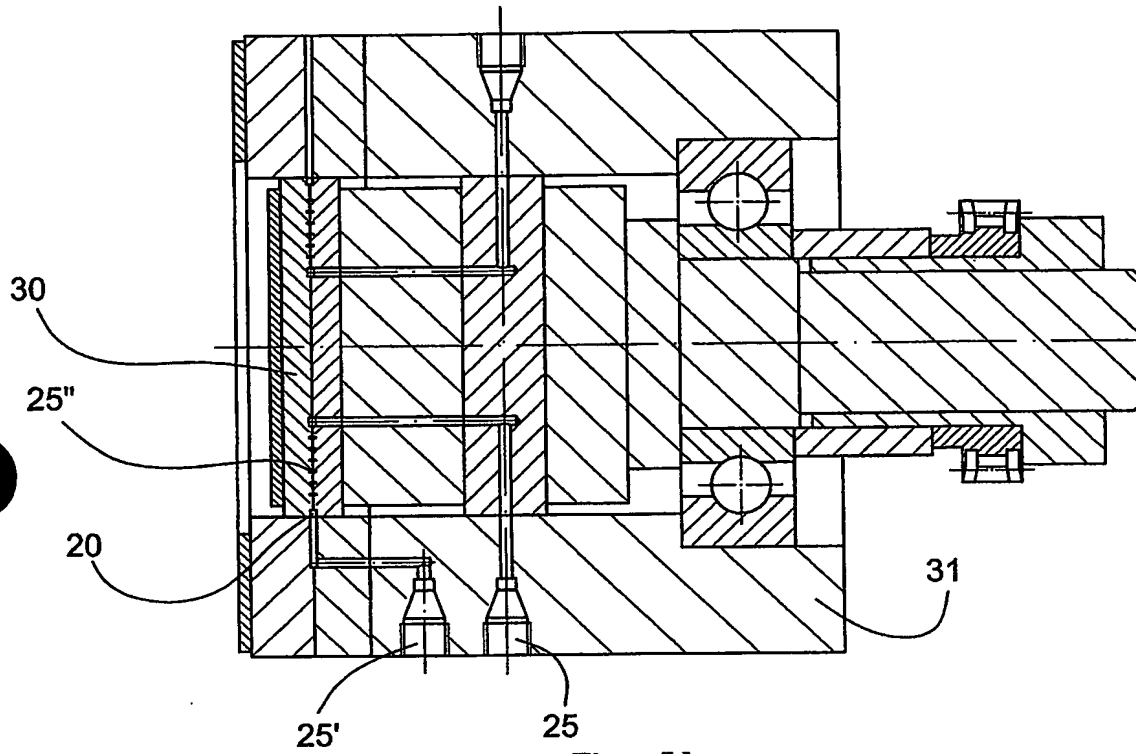


5/22

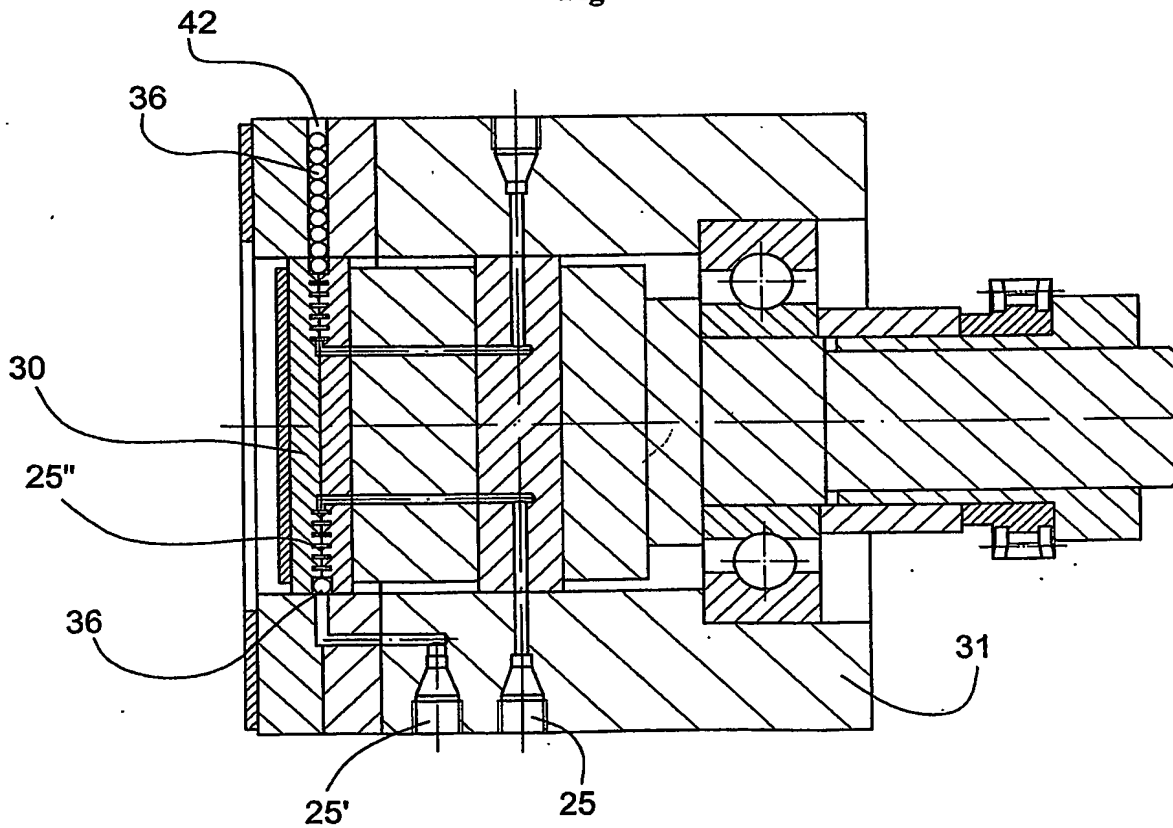
Figur 4

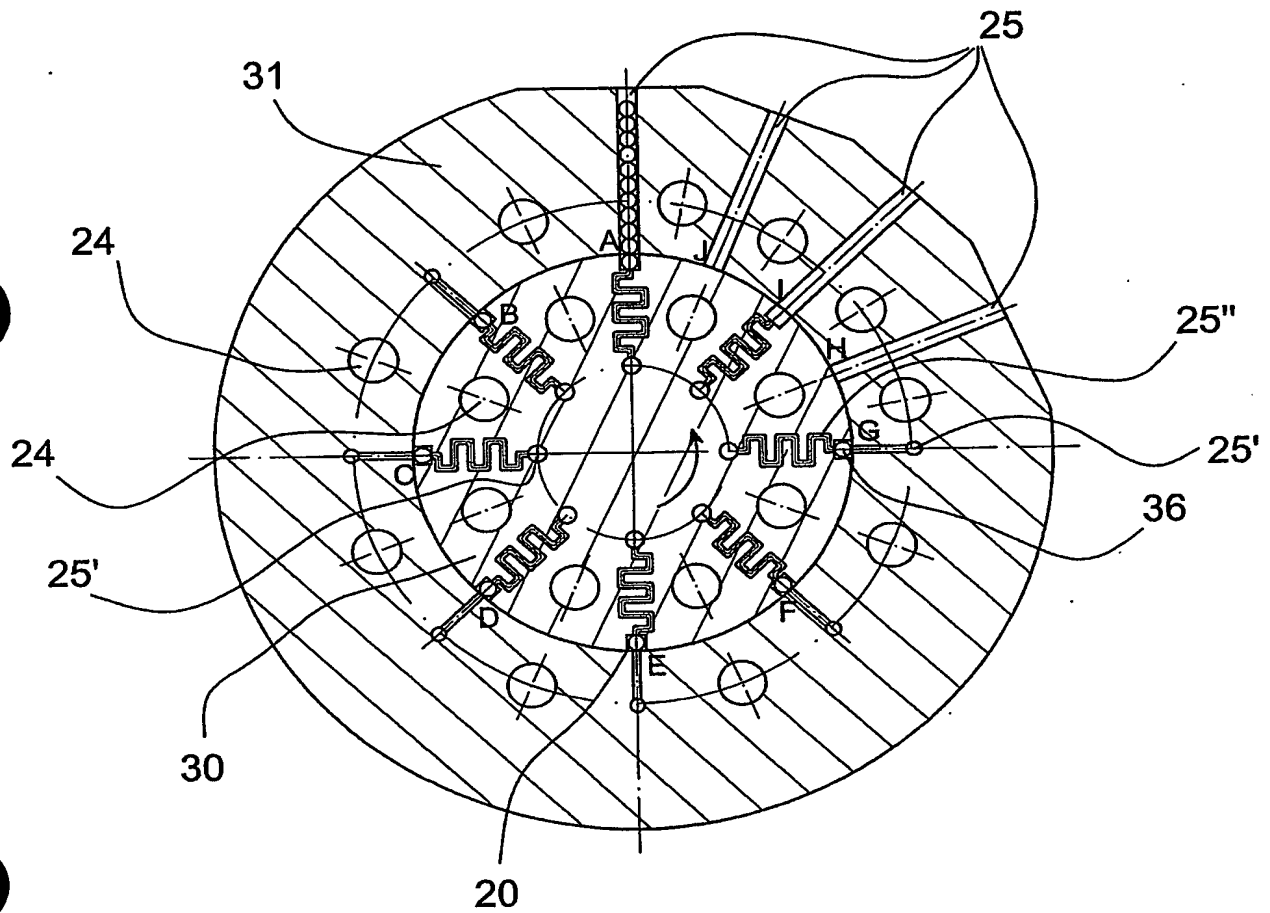


Figur 5 a

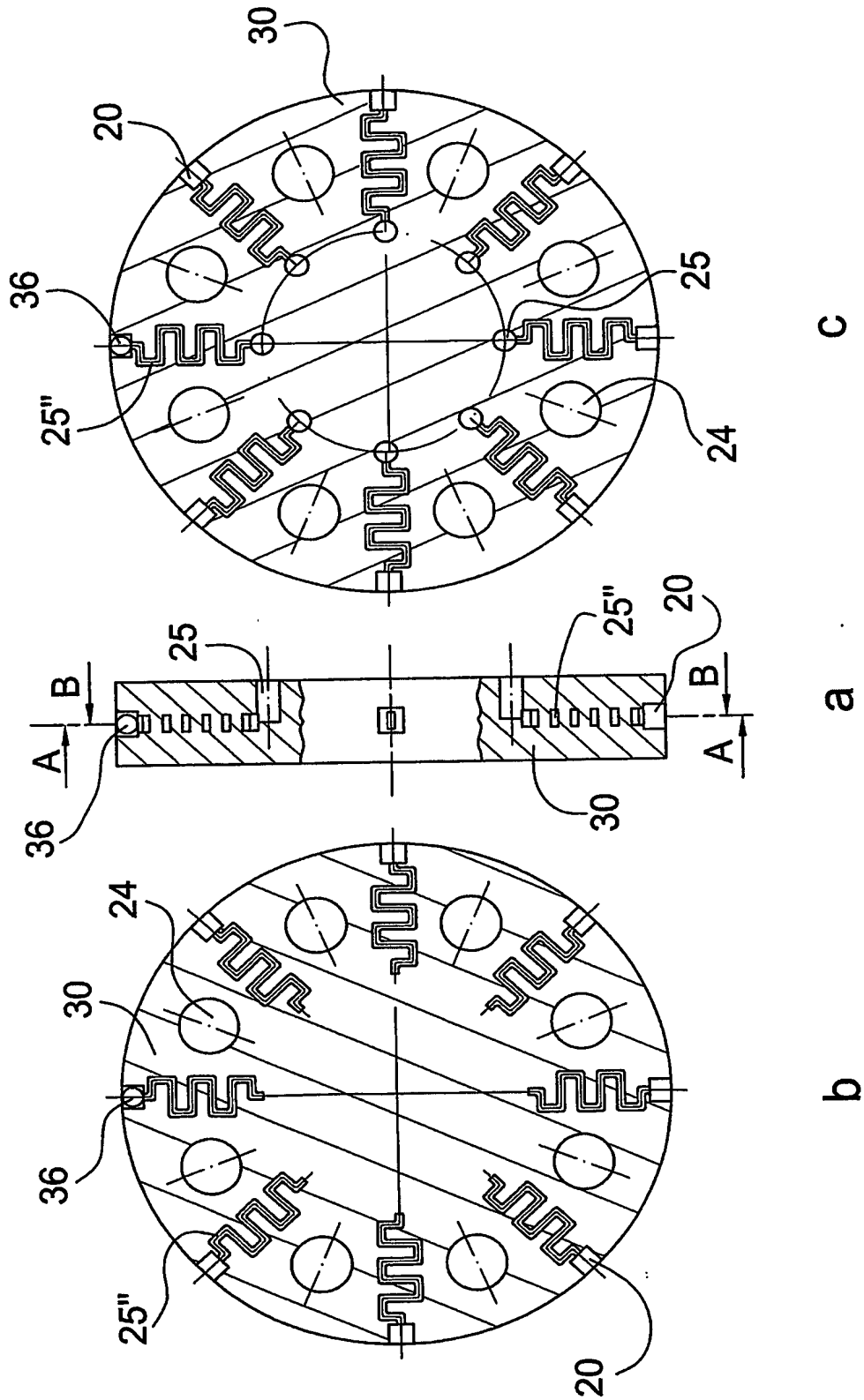


Figur 5 b



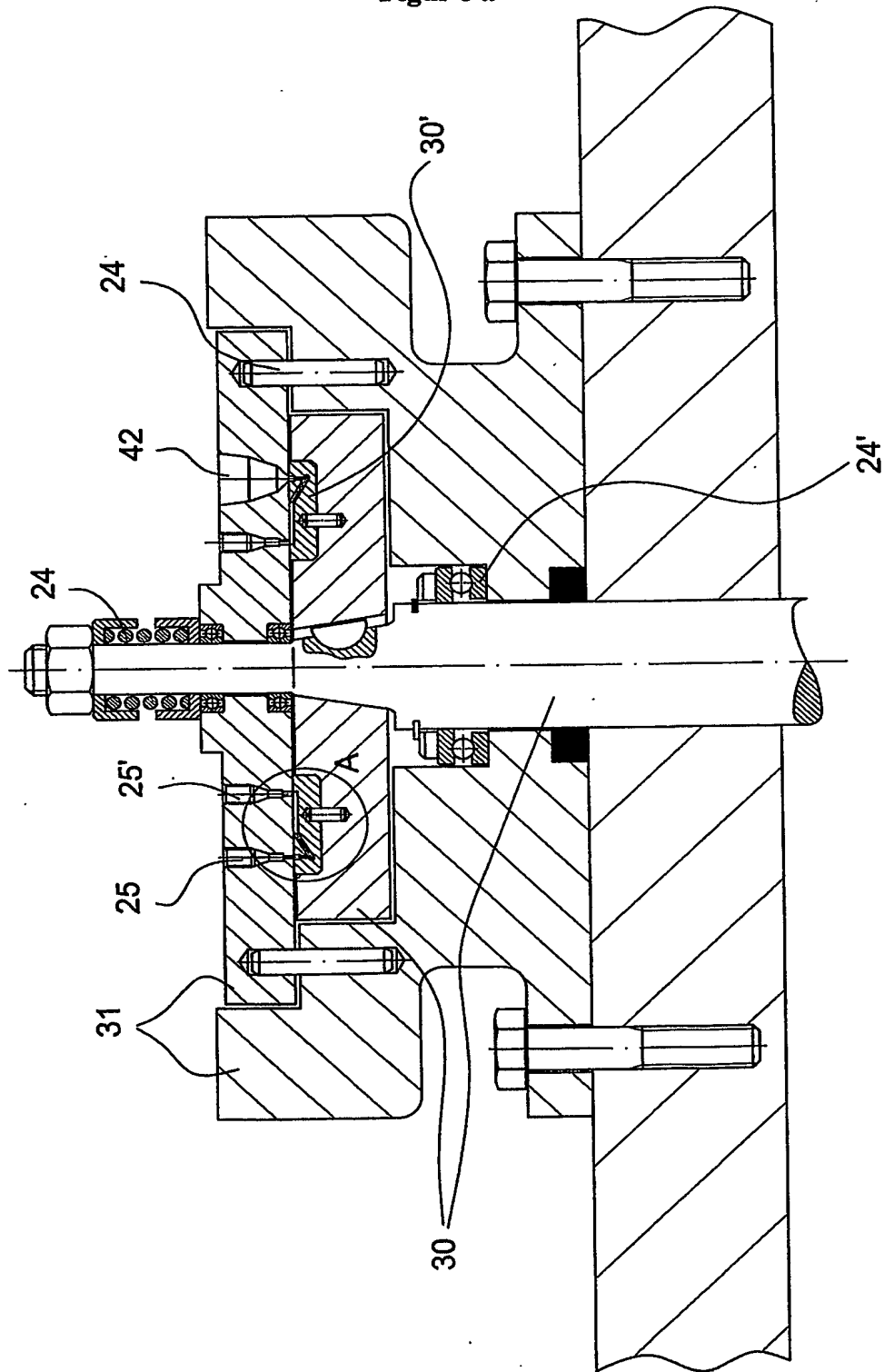
Figur 6

Figur 7



9/22

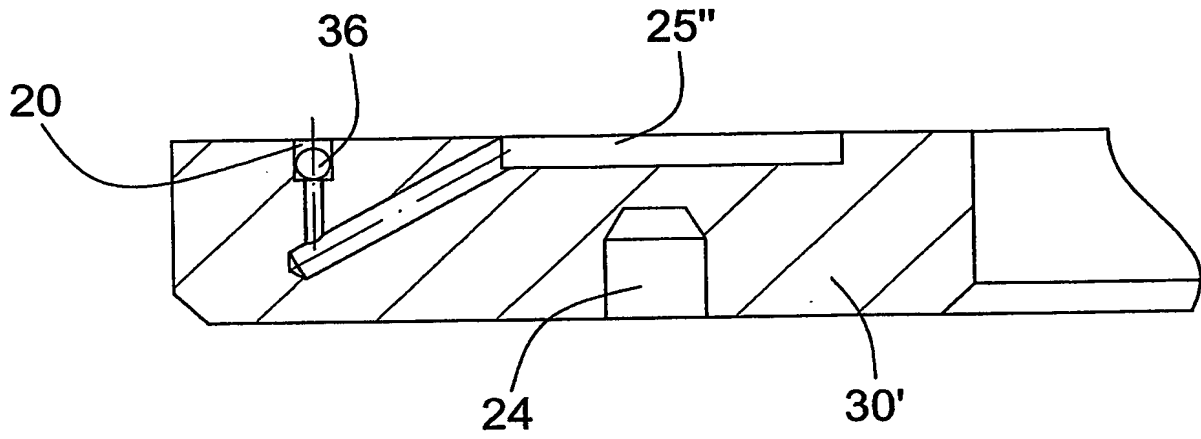
Figur 8 a



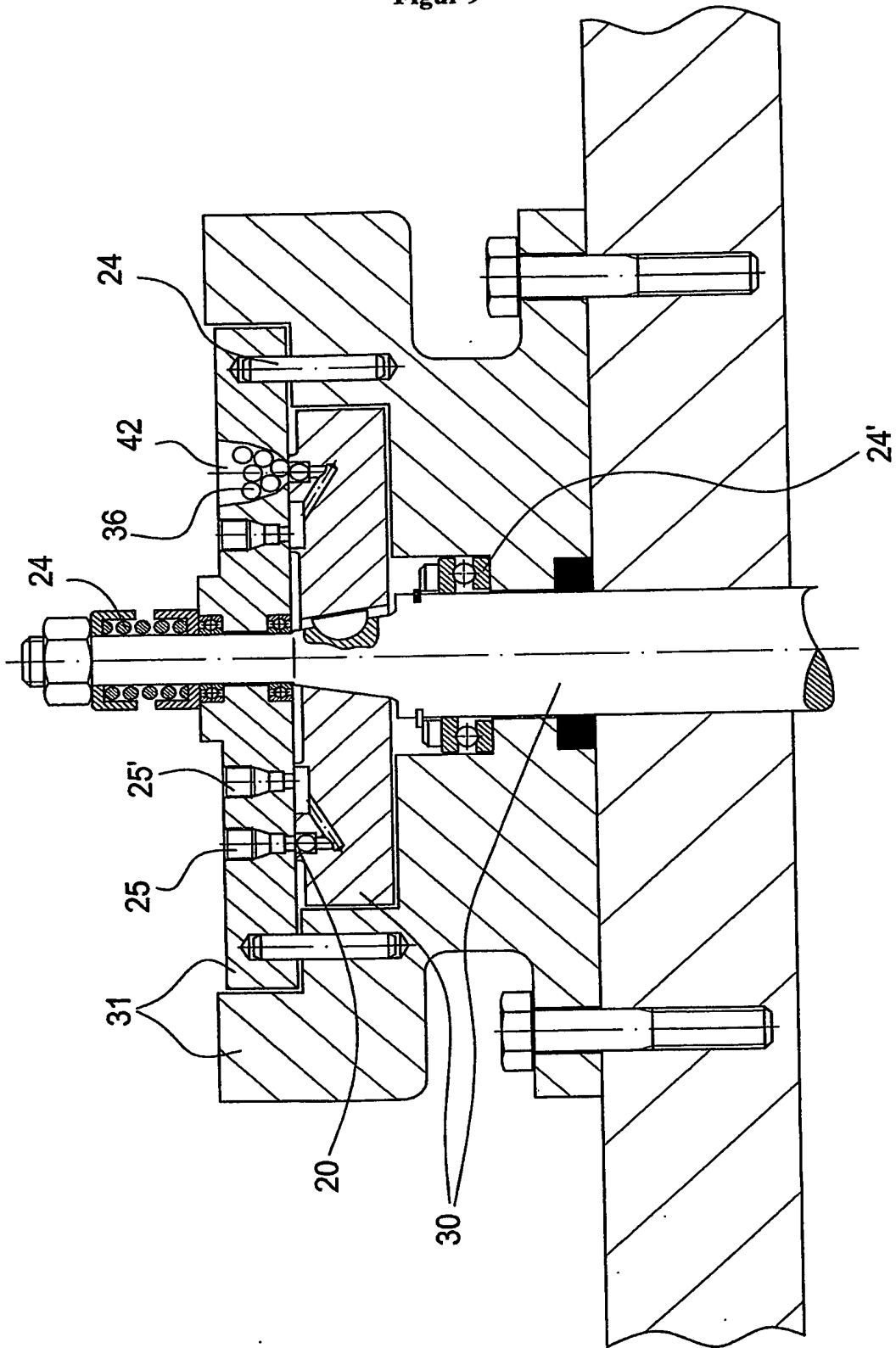
10/22

Figur 8 b

A

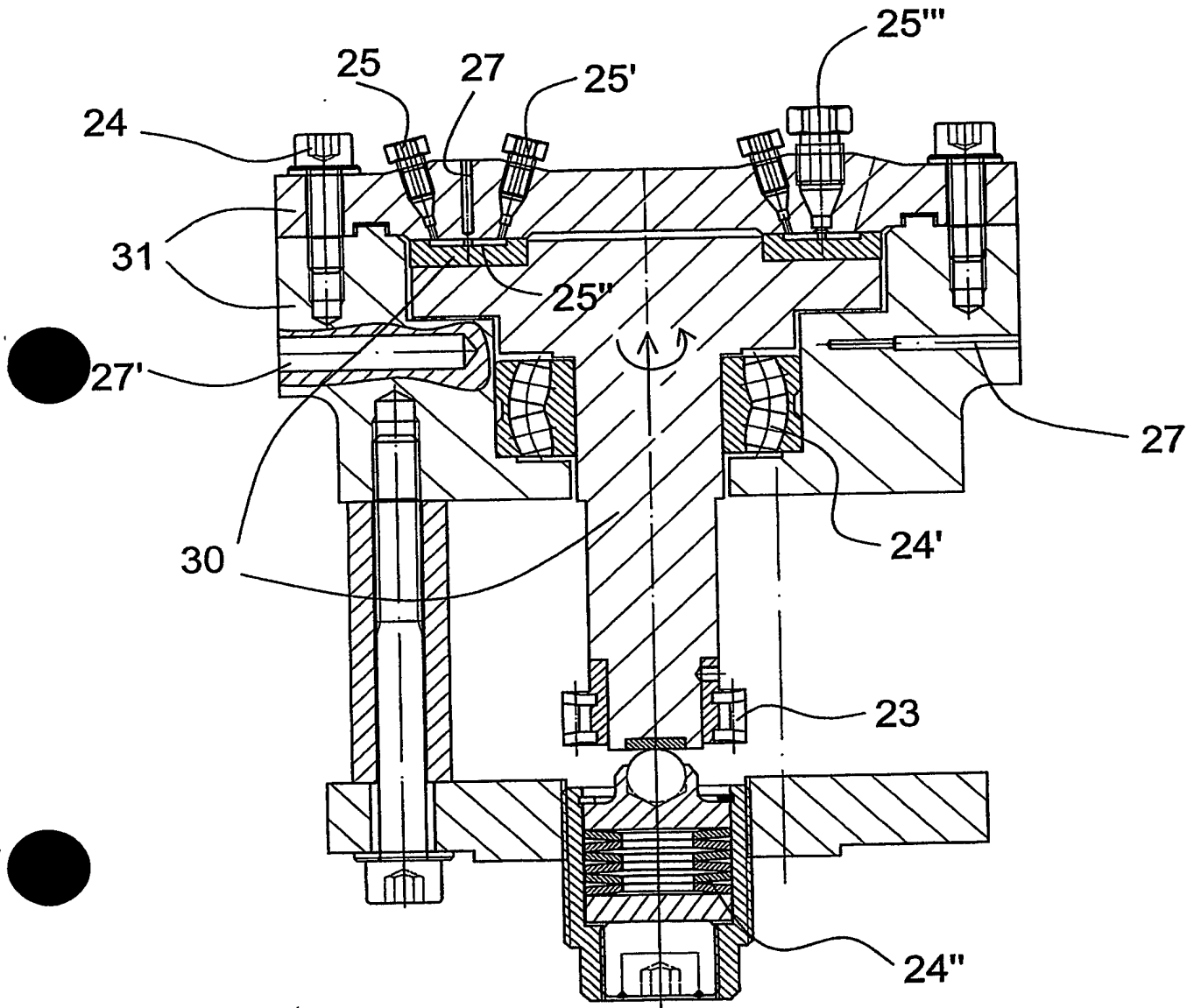


Figur 9

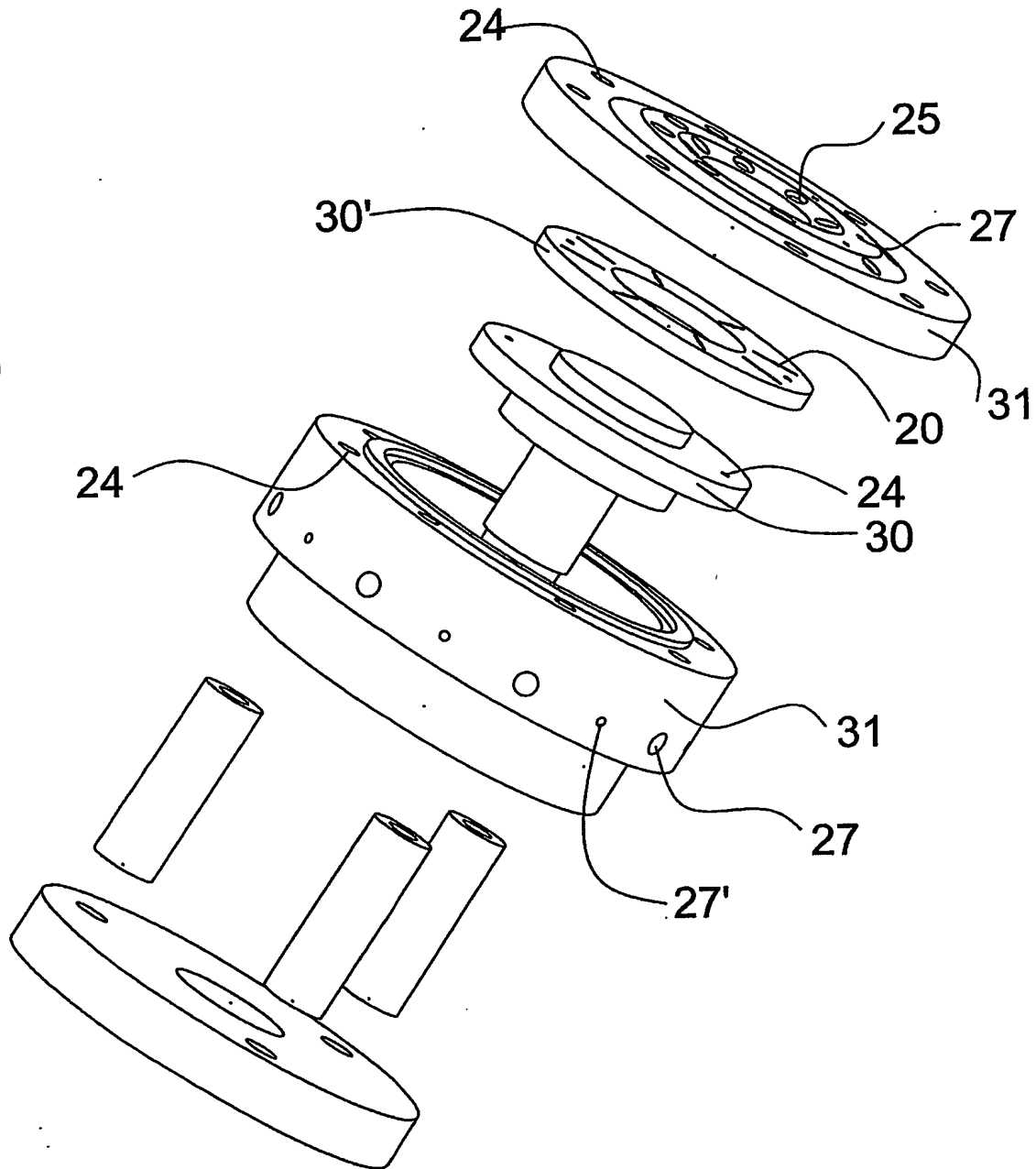


12/22

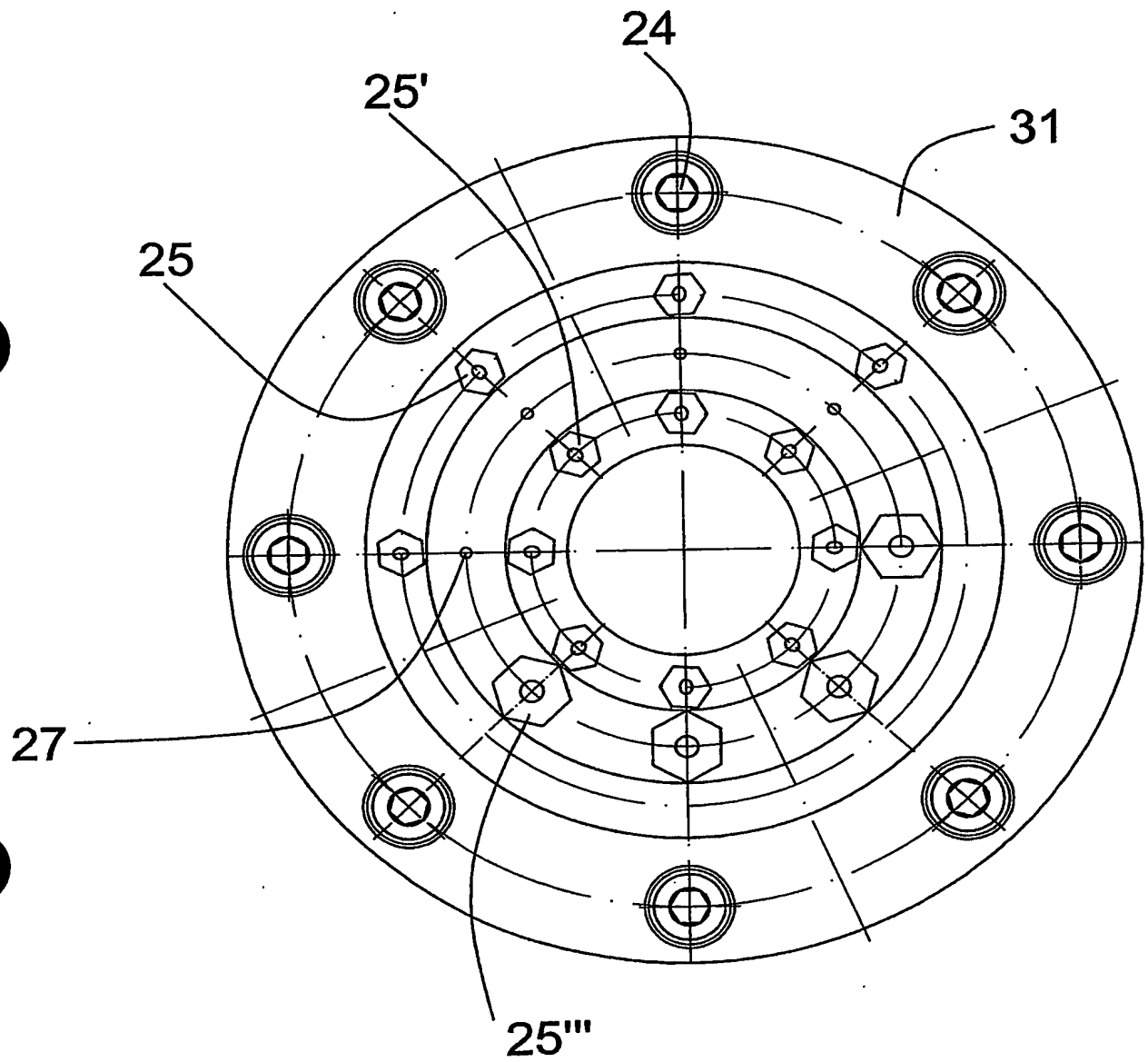
Figur 10 a



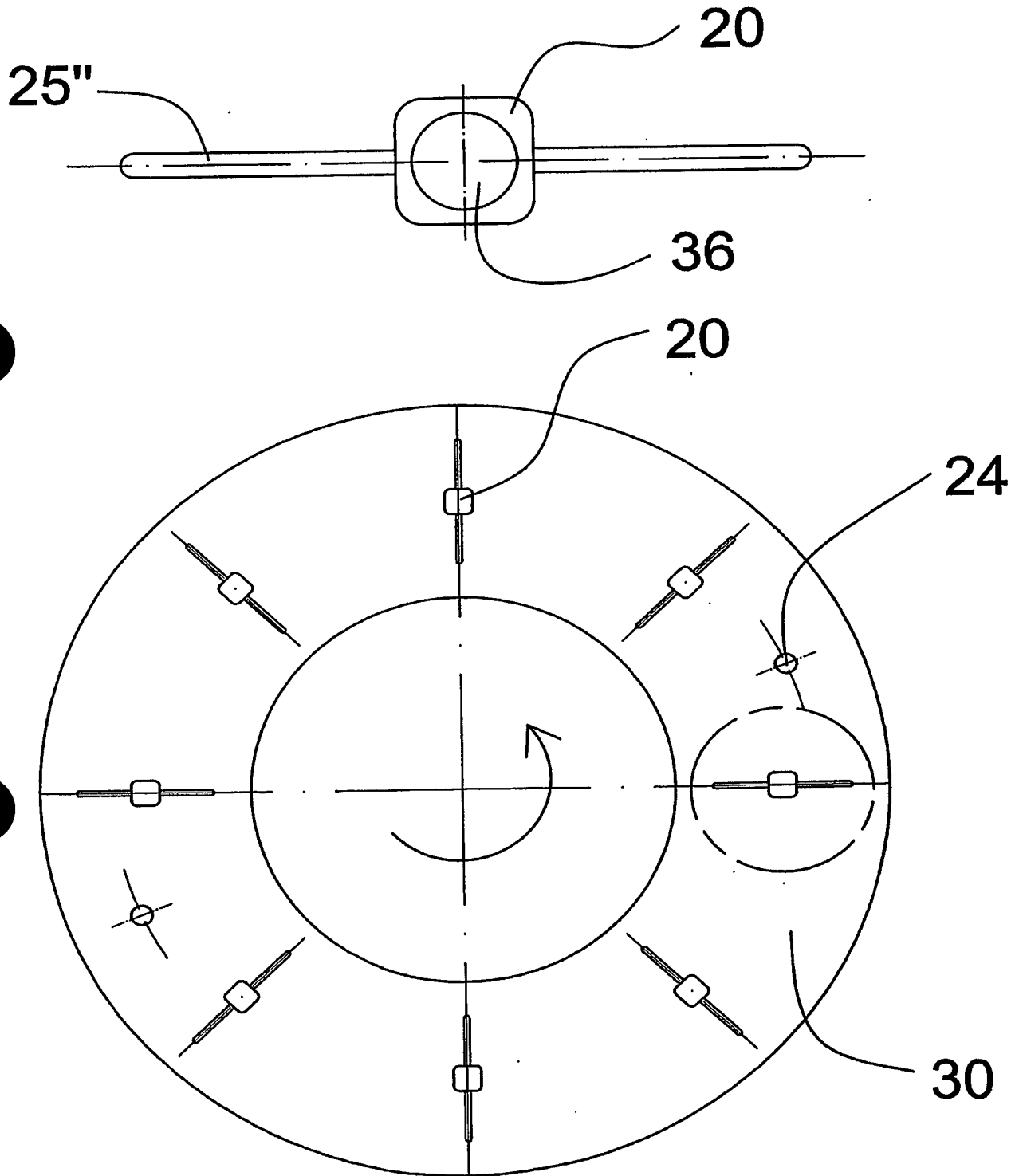
Figur 10 c



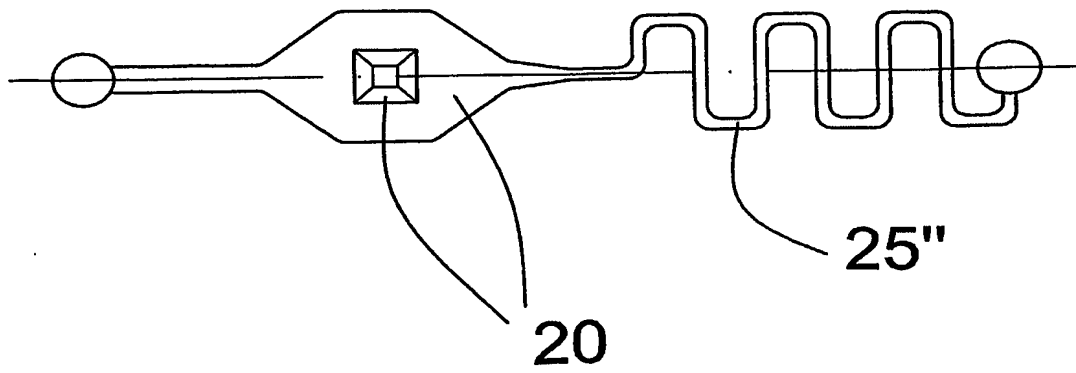
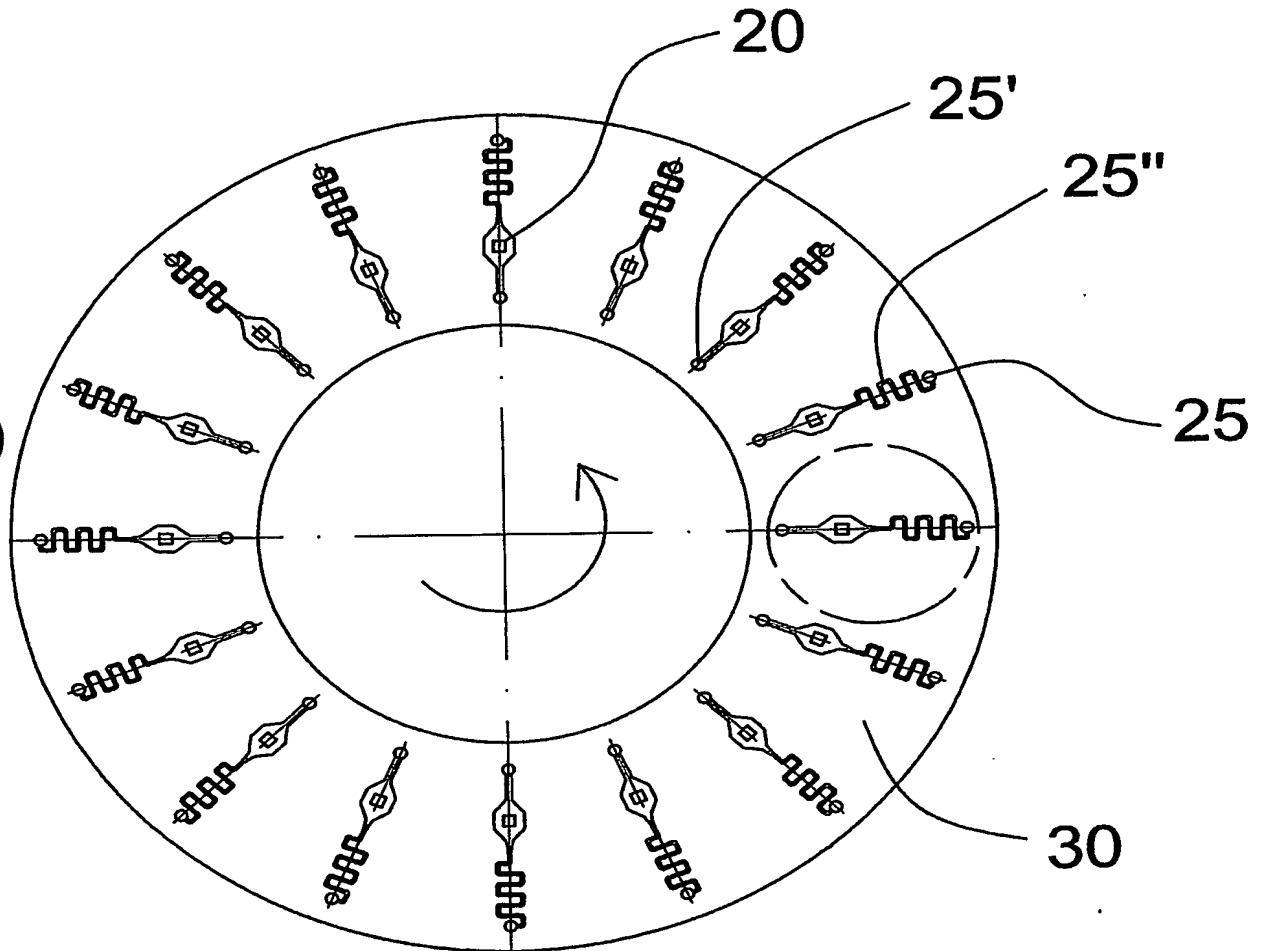
Figur 11

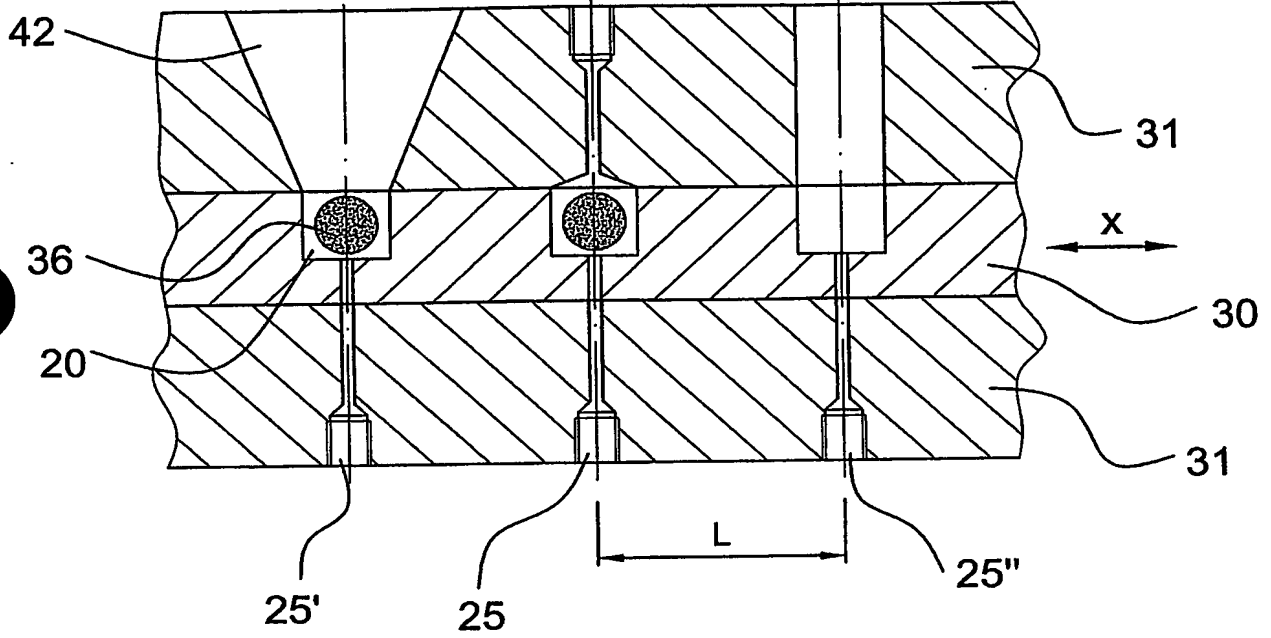


Figur 12 a und 12 b

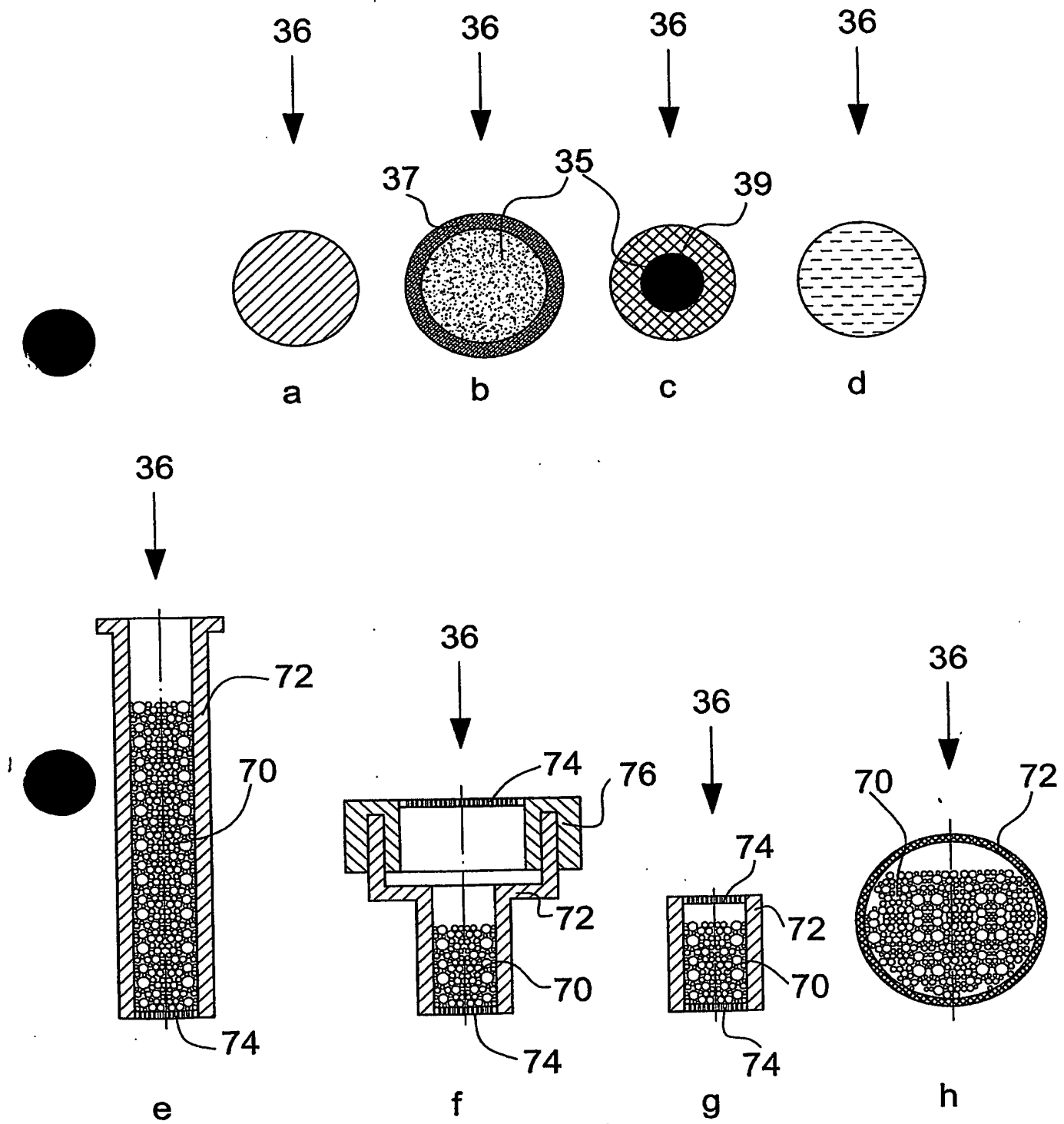


Figur 12 c und 12 d

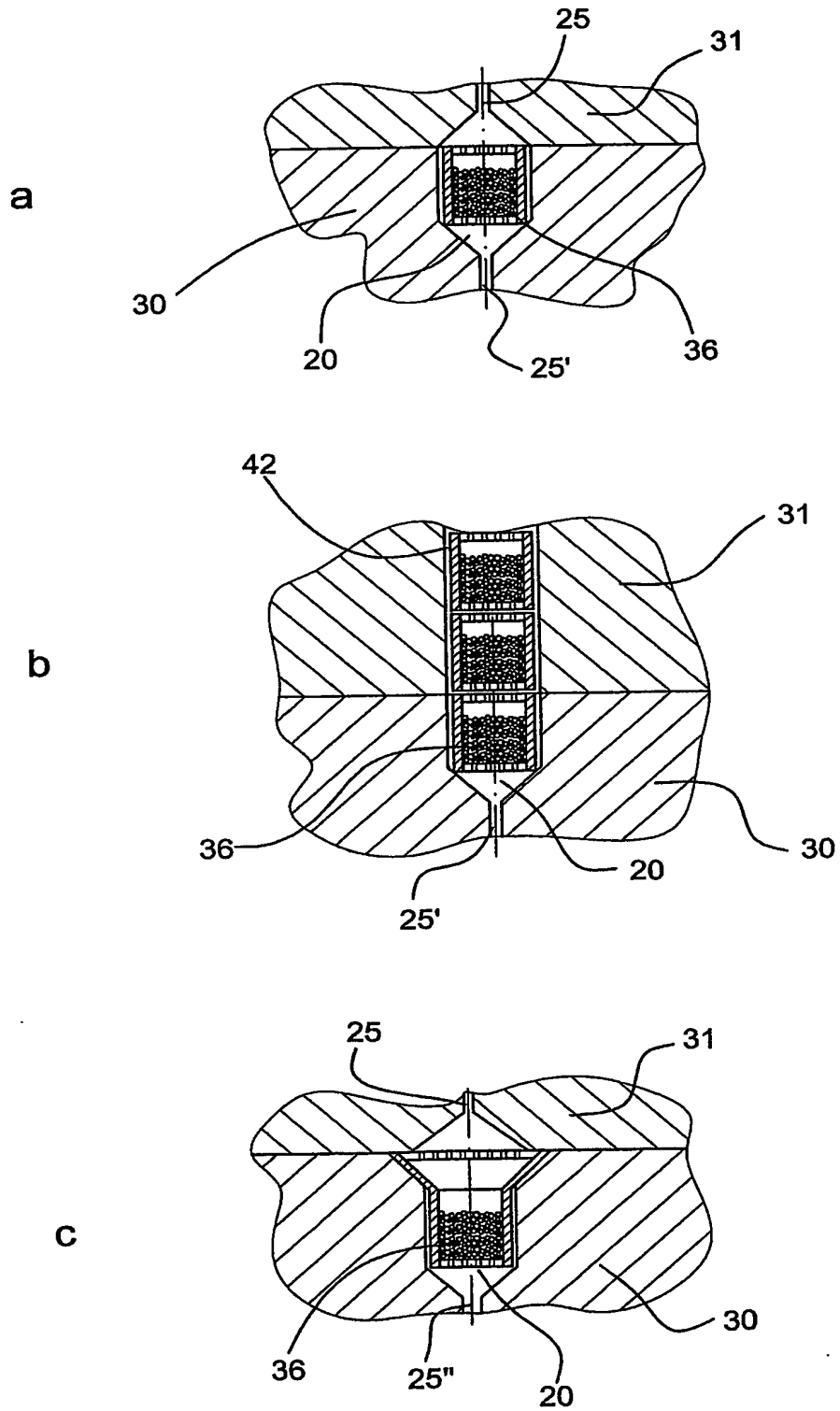


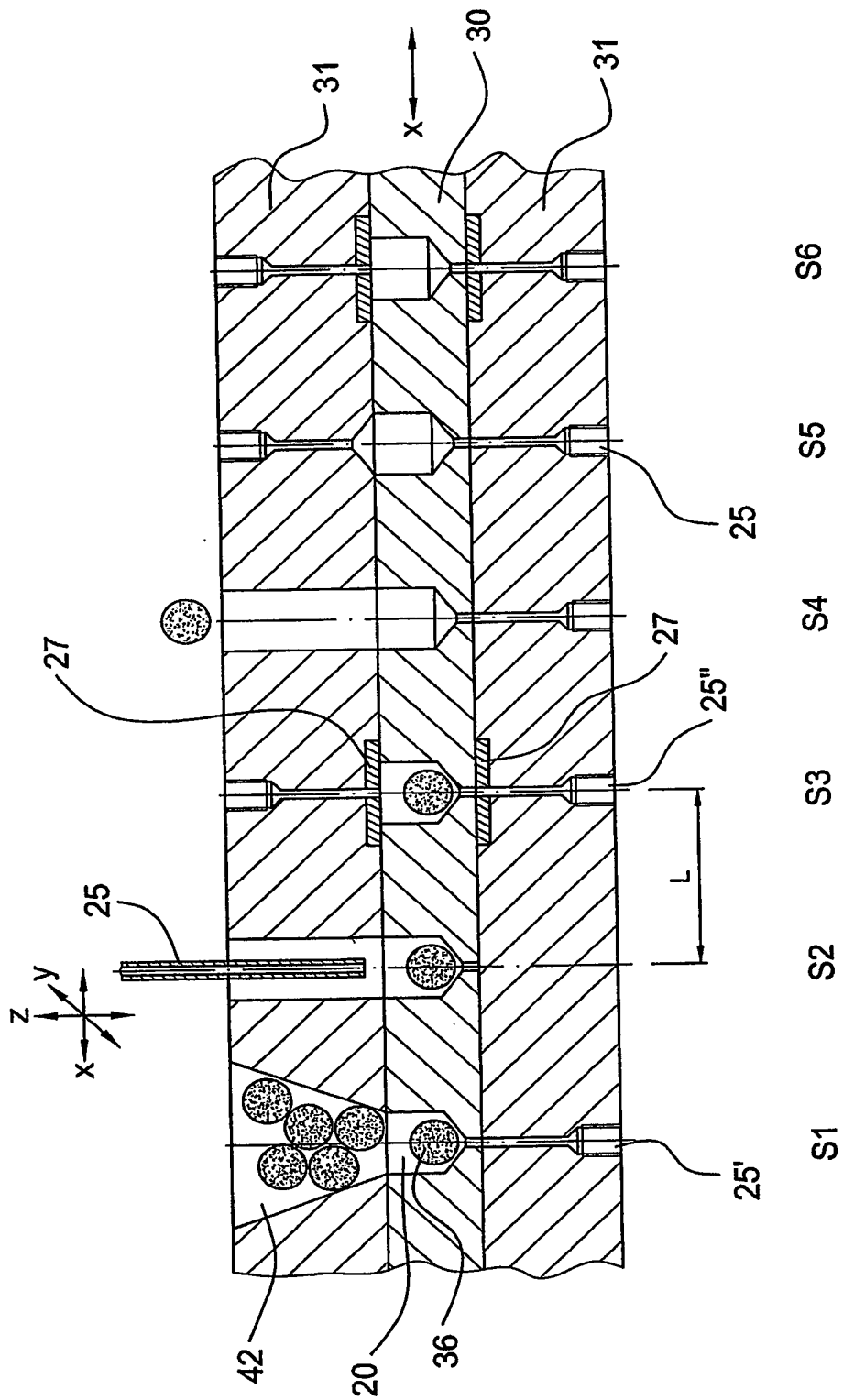


Figur 14



Figur 15



Figur 16

Figur 17

